

Halbjahresbericht I/1982

1. 1. 1982 – 30. 6. 1982



Kernforschungsanlage Jülich GmbH

Halbjahresbericht I/1982

1. 1. 1982 – 30. 6. 1982

Inhalt	Seite
Zusammenfassung	1
1. Zu Programmpunkt 3.1 Rechenprogramme, Studien, Versuchs- betreuung EVA II/ADAM II	6
2. Zu Programmpunkt 3.2 Laborversuche zur Methanisierung	6
3. Zu Programmpunkt 3.4 Technische Versuche zur Methanspaltung und Methanisierung (EVA I/ADAM I)	10
3.1 Arbeiten an EVA I	10
3.1.1 Versuch mit Katalysatorkörben (2. Variante)	11
3.1.2 Reformers-Simulationsprogramm	38
3.2 Methanisierungsanlage ADAM I mit IRMA	43
3.2.1 Prozeßentwicklung	43
3.2.2 Instationäre Aufheizung - IRMA	44
3.2.3 IRMA-Betrieb Mai 1982	49
3.2.4 Rechenprogramm META	53
3.2.5 Planung 1982/83	60
4. Zu Programmpunkt 3.5/6 Vorplanung, Bau und Betrieb einer großen Spaltrohranlage EVA II sowie einer dazu passenden Methanisierungsanlage ADAM II	61
4.1 Änderungs- und Wartungsarbeiten; Aufnahme des Versuchsbetriebes von EVA II/ADAM II	61
4.2 Versuchsprogramm und Ergebnisse der Betriebsperiode Frühjahr 1982	66
5. Zu Programmpunkt 3.8 Untersuchung metallischer Werkstoffe	82
5.1 Zeitstandversuche	82
5.2 Korrosion in HTR-Helium	89
5.3 Untersuchungen an metallischen Werkstoffen für Prozeßgasanlagen	92
5.4 Plastoermüdung	93

Zusammenfassung

1. Zu 3.1

Studien, Versuchsbetreuung EVA II/ADAM II

Im Berichtszeitraum wurden keine Untersuchungen ausgeführt.

2. Zu 3.2

Laborversuche zur Methanisierung

Der Katalysator A41 zeigte in einem Integralversuch nach 812 h einen deutlichen Aktivitätsrückgang sowie Rußbildung.

Aufgebrochenes Material von 8 mm-Pellets MCR-2X zeigte im SAT-Test einen deutlich geringeren CO_2 -Umsatz als vergleichbares Material aus 4,3 mm-Pellets.

Ein kurzzeitig mit überhöhten H_2S -Konzentrationen belasteter Katalysator läßt sich durch Beaufschlagen mit H_2 nur in geringem Umfang regenerieren.

Im BERTY-Reaktor wurde die Temperaturabhängigkeit kinetischer Parameter für den Katalysator MCR-2X ermittelt.

3. Zu 3.4

Technische Versuche zur Methanspaltung und Methanisierung (EVA I/ADAM I)

Arbeiten an EVA I

Im Berichtszeitraum wurde ein umfangreiches Versuchsprogramm mit einem Präzisions-Spaltrohr durchgeführt, das mit einem Katalysatorkorbeinsatz versehen war, der ein sehr schnelles Entleeren des Spaltrohres durch einfaches Herausziehen erlaubt.

Es wurden Vergleiche mit einer losen Katalysatorschüttung sowie mit einer anderen Katalysatorkorbanordnung vorgenommen. Im Vergleich zur Schüttung verschlechtert sich der Wärmeübergang, und zwar werden die Wärmeübergangszahlen von der Spaltrohrwand zum Prozeßgas um ca. 32 % geringer.

Das hat eine Absenkung der Spaltendtemperatur in der Größenordnung 10 K zur Folge bzw. macht bei gleicher Spaltendtemperatur z.B. eine Anhebung der Heliumeintrittstemperatur nötig. In diesem Fall ist keine Beeinträchtigung der chemischen Umsetzung festzustellen. Die beim Korbeinsatz gemessenen Druckverluste sind um ca. 40 % geringer als bei der Schüttung.

Das Reformer-Simulationsprogramm wurde im Berichtszeitraum weiterentwickelt. In der für die Anwendung bei EVA I verwendeten KFA-Version können jetzt auch höhere Kohlenwasserstoffe einbezogen werden. Die Rechenzeit wurde durch Einbau eines effektiveren Iterationsverfahrens um nahezu den Faktor 10 verkürzt. Die Flußpläne des neu strukturierten Programms sind in Abb. 3.14 und 3.15 dargestellt.

Methanisierungsanlage ADAM I mit IRMA

Zur Begrenzung der maximalen Gastemperaturen im Reaktionsbett bis zu 700 °C wurde beim 248-stündigen Versuchsbetrieb im Mai 1982 die Katalysatoraktivität auf einer Länge von 3 m zu Beginn des Reaktionsrohres durch Vergrößerung der Pellets auf 8 mm vermindert.

Es konnte demonstriert werden, daß eine Hot Spot - Kontrolle durch geeignete Wahl des Verhältnisses von Katalysator- zu Reaktionsrohrdurchmesser und durch einen Mindestgasdurchsatz möglich ist.

Problematisch war die wiederum erfolgte Kohlenstoffbildung in der Reaktionszone.

In einer anschließenden Schüttungszone von 1 m Länge mit 4,3 mm-Pellets wurde das Aktivitätsverhalten im Bereich der Abkühlstrecke untersucht.

Die Verhältnisse in der Hot Spot - Zone konnten durch das Rechenprogramm META für alle Meßpunkte zufriedenstellend simuliert werden. In der Abkühlzone liefert das Rechenprogramm etwas zu geringe Aktivitätswerte, was mit einem veränderten Alterungsverhalten des Katalysators in der Abkühlzone erklärt werden kann.

Die Aufheizung der IRMA vor dem Betrieb wurde bisher sowohl durch Einspeisen eines vorgewärmten Gasgemisches in den Reaktor R 201 als auch durch Dampfeinspeisung in die Dampftrommel vorgenommen.

Mit den dabei aufgenommenen Daten gelang es, geeignete Ansätze zur rechnerischen Erfassung der Aufheizdauer solcher Systeme zu entwickeln und zu bestätigen.

Mit den bisher vorliegenden Erkenntnissen aus ADAM I und IRMA wurde die Planung für einen kombinierten Betrieb von einem adiabaten und zwei innengekühlten Reaktoren begonnen.

4. Zu 3.5/6

EVA II/ADAM II

Änderungs- und Wartungsarbeiten; Versuchsbetrieb

Nach Abschluß des Erprobungsbetriebes und Übernahme der Anlage durch die KFA zum Jahresende 81 standen Anfang Januar eine Reihe größerer Wartungs- und Revisionsarbeiten sowie, in Zusammenarbeit mit Fa. LURGI, die Behebung noch anstehender Mängel an einzelnen Anlagenkomponenten im Vordergrund.

Am 10. Mai wurde mit dem Anfahren der Anlage für den 1. Versuchsbetrieb in eigener Regie begonnen.

Inzwischen war auch die ertüchtigte Helium-Reinigungsanlage voll in Betrieb genommen. Der Versuchsbetrieb mußte am 23. Juni durch den plötzlichen Ausfall des Kreislaufgebläses G 201 am ADAM II abgebrochen werden, nachdem etwa die Hälfte der vorgesehenen Meßpunkte abgefahren worden war. Es zeigte sich, daß sich die Halteschraube des Laufrades gelöst hatte. Die Schäden konnten nicht kurzfristig behoben werden.

Versuchsprogramm und Ergebnisse der Betriebsperiode
Frühjahr 1982 der Versuchsanlage EVA II/ADAM II

Es war das Ziel des Versuchsprogrammes, durch eine breite Variation der Prozeßparameter, insbesondere der helium- und prozeßgasseitigen Massenströme die Grenzen und Abhängigkeiten der Anlage kennenzulernen.

Der Referenzpunkt 1A in Tabelle 4.1 wird bei jedem Anfahren und vor dem Abfahren der Anlage jeweils eingestellt, um Aussagen über Veränderungen in der Anlage machen zu können.

Vergleicht man die Meßdaten mit den berechneten Erwartungswerten, so zeigt sich, daß

- die gewünschten Meßpunkte gut eingestellt waren
- die Simulationsrechnung eine sehr gute Übereinstimmung mit den in der Anlage herrschenden Verhältnissen hat.

Eine Betrachtung der Energiebilanzen ergibt, daß unabhängig von der Leistung der im kalten Spaltgas eingekoppelte Anteil der Heliumerhitzerleistung etwa 53 % beträgt.

Als wichtigstes Ergebnis der Anlage ADAM II ist anzusehen, daß auch bei den stark unterschiedlichen Durchsätzen und Zusammensetzungen des Eingangsgases mit großer Konstanz ein trockenes Produktgas mit mehr als 95 % Methan geliefert wurde.

5. Zu 3.8

Untersuchung metallischer Werkstoffe

Zeitstandversuche unter HTR-Helium, "ZEMAK II"

In dem Prüffeld werden folgende Teilprogramme fortgeführt:

- Zeitstandprogramm der Projekte PNP/NFE,
- Im Rahmen des HHT/PPN/NFE-Programmes sollen mechanische Eigenschaften von 5 Werkstoffen nach Auslagerung unter Spannung in HHT- und PNP-Helium sowie unter Luftatmosphäre bei 600 und 850 °C ermittelt werden,

- Programm zur Untersuchung der Zeitstand-Kerbversprödung,
- Korrosionshauptprogramm der Projekte PNP/NFE (Probenposition am Gaseintritt),
- Korrosionshauptprogramm zu Modellschmelzen.

Für den Werkstoff Inconel 617 konnte durch Auswertung aller zugänglichen Daten gezeigt werden, daß die Zeitstandfestigkeitswerte fast ausschließlich innerhalb der von den Herstellerdaten ermittelten Streubänder liegen.

Ein Einfluß des Testheliums ist in Versuchen bis 40.000 h nicht erkennbar.

Zeitstandversuche im Prozeßgas der Methanreformierung,
"ZEMAK III"

Die Versuche wurden weitgehend störungsfrei fortgeführt.
Es wurden maximal 15.500 Betriebsstunden erzielt.

Die Versuche an Incoloy 802 und IN-519 wurden nach maximal 13.000 h beendet.

Stattdessen wurden Proben der Nickelbasiswerkstoffe Hastelloy X und Nimonic 86 mit geplanten Bruchzeiten von 5.000 h und 10.000 h eingesetzt, sowie erste Proben aus Inconel 617.

1. Zu Programmpunkt 3.1

Rechenprogramme, Studien, Versuchsbetreuung EVA II/ADAM II

Im Berichtszeitraum wurden zu diesem Programmpunkt keine Untersuchungen ausgeführt. Zu Rechenprogrammen und Versuchsbetreuung des normalen Fahrbetriebes EVA II/ADAM II wird auf Kapitel 4.2 verwiesen.

2. Zu Programmpunkt 3.2

Laborversuche zur Methanisierung

Integralversuche am Katalysator A41

Der Katalysator A41, 23. Herstellungsansatz, wurde in dem Integralversuch METHA I/19 mit einer Gesamtlaufzeit von 812 h untersucht.

Bei einem Druck $p = 20$ bar und einer Raumgeschwindigkeit von $SV = 10.000 - 12.000 \text{ h}^{-1}$ ohne Produktgasrückführung wird ein deutlicher Aktivitätsrückgang, erkennbar am Temperaturprofil, festgestellt.

Im vorderen Bereich des Reaktorbettes wurde Ruß festgestellt, Staub im hinteren Bereich ist Katalysatorabrieb.

SAT-Vergleich Katalysator A4 4.3 mm - 8 mm

Die zwei Korngrößen des Katalysators A4, 4.3 mm und 8 mm wurden in der Zwillingsapparatur METHA II/III miteinander verglichen. Das Schüttgewicht des auf 0.8 - 1.2 mm aufgebrochenen 8 mm-Materials ist mit 1130 kg/m^3 deutlich geringer als das des 4.3 mm-Materials (1680 kg/m^3). In der Aktivität ist der Unterschied geringer, nur der CO_2 -Umsatz am 8 mm-Material ist erkennbar kleiner als bei A4-4.3 mm.

Versuch zur Regenerierung S-vergifteter Katalysatoren

Ziel des Versuches METHA IV/32 war es, herauszufinden in welchem Umfang sich ein durch eine Betriebsstörung kurzzeitig mit überhöhten H_2S -Konzentrationen belasteter Methanisierungskatalysator regenerieren läßt. Der Katalysator wurde in dem im HJB II/81 S. 6 beschriebenen Verfahren 120,5 h mit 0.57 ppm H_2S im Prozeßgas belastet. Die Aktivität des Katalysators wurde dadurch deutlich verringert (Bild 2.1). Durch Beaufschlagung mit reinem Wasserstoff läßt sich ein geringer Teil des Aktivitätsverlustes rückgängig machen. Bei höheren Temperaturen, 400°C gegenüber 300°C , wird das bessere Ergebnis erzielt.

Aktivitätsmessungen im BERTY-Reaktor

In den Versuchen BI/5 und BI/6 mit dem BERTY-Reaktor wurden zwei verschiedene Chargen des Katalysators A4 untersucht, jeweils 4.3 mm-Pellets.

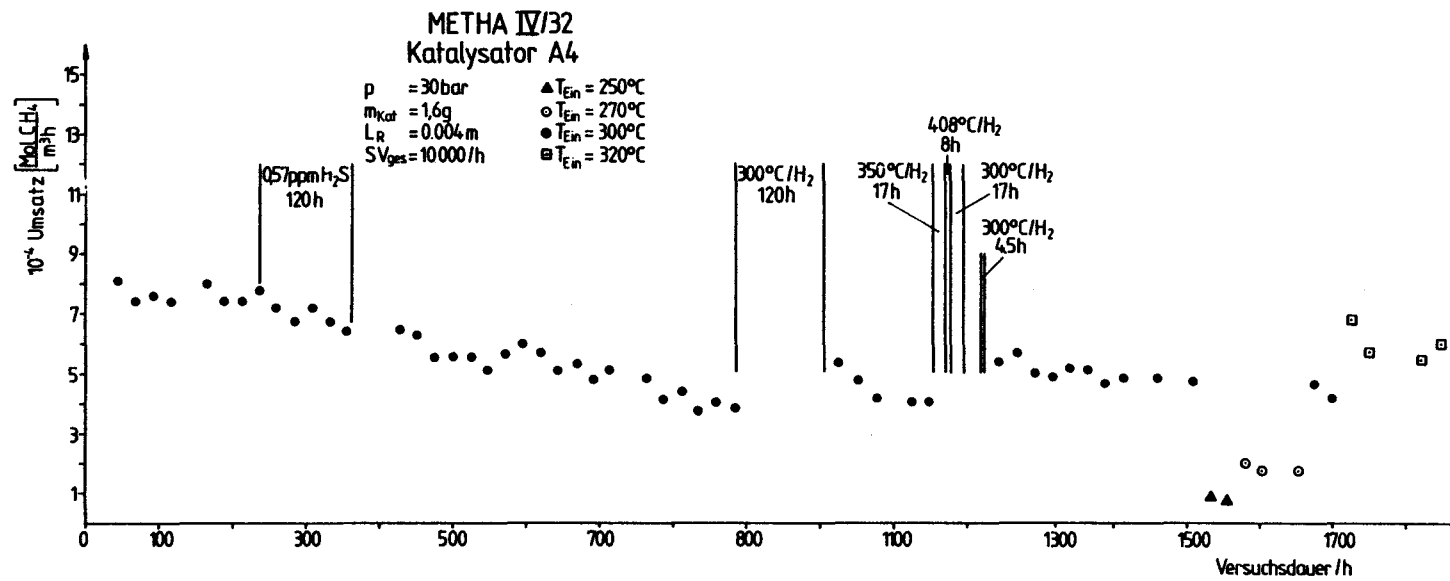


Bild 2.1: H_2S -Exp., Umsatzentwicklung während des Versuches

Versuchsbedingungen:

	$\rho_s/\text{kg/m}^3$	f/min^{-1}	p/bar	SV/h^{-1}	100.XCO	H:C	O:C	Dauer/h
BI/5	864	2000	30	$1.5 \cdot 10^6$	7-8	6.6-7.5	1.0-1.08	1452
BI/6	1680	2000	30	$1.5 \cdot 10^6$	7-8	6.9-7.5	1.0-1.3	842

In beiden Fällen wurden die ganzen 4.3 mm-Pellets so angeordnet, daß eine Schicht von ca. 2 Lagen Tebletten in der Mitte des Reaktors plaziert waren. Die Aktivität der Charge mit geringerem Schüttgewicht (Vorauscharge) war geringer als bei der mit höherem Schüttgewicht (ADAM I-Charge). In beiden Fällen ließ die Aktivität bei Temperaturen über 400 °C deutlich nach. In den Bildern 2.2, 2.3 werden die Ergebnisse von BI/5 und BI/6 mit den im DSC ermittelten Kurven (HJB II/81 S. 20/24) verglichen. Die Pfeile deuten den Versuchsaufbau an.

Bild 2.2:

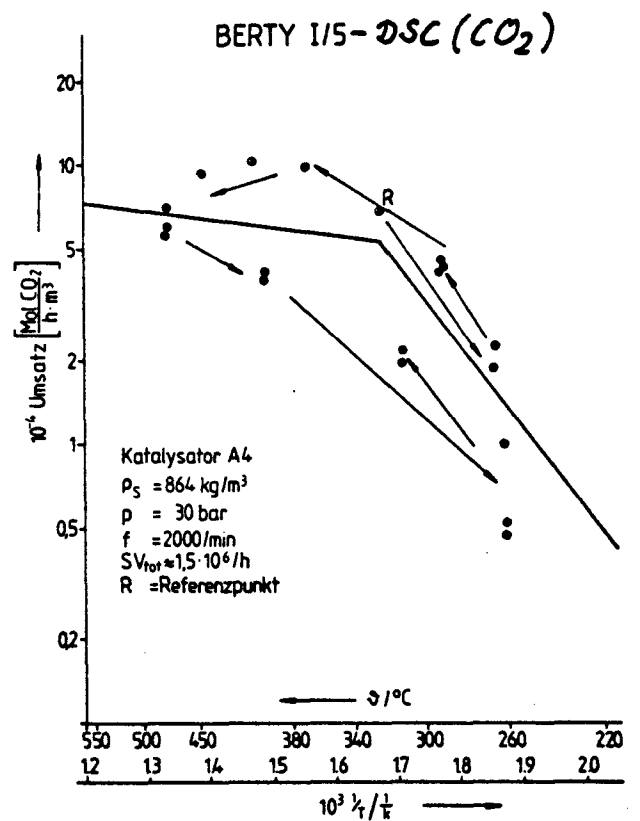
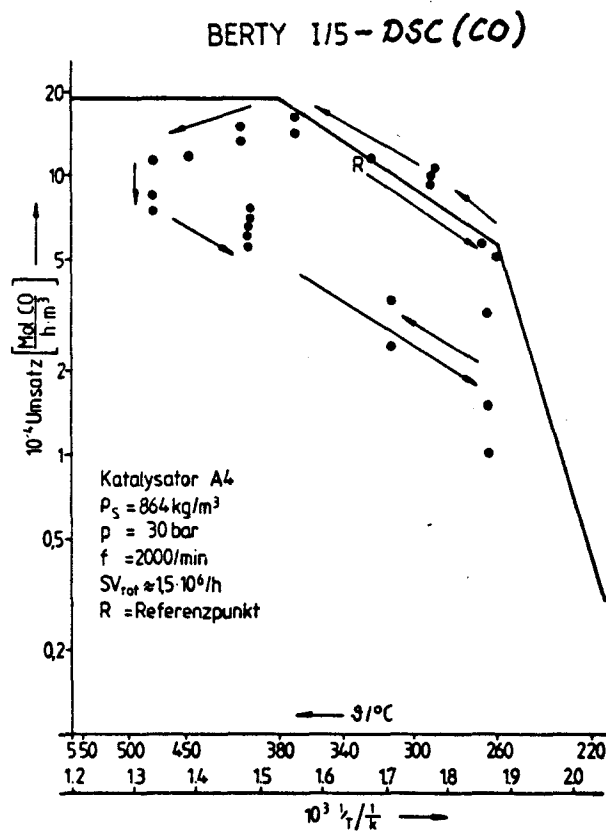
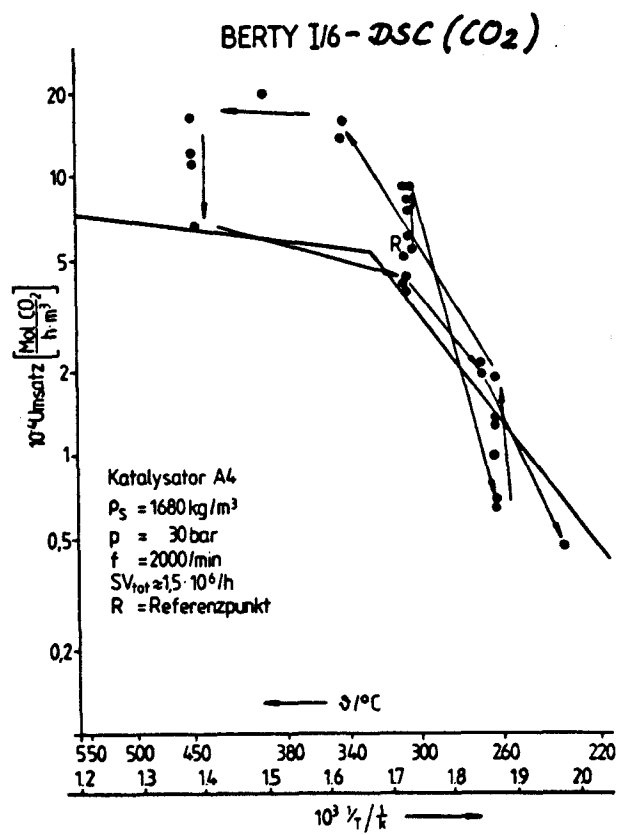
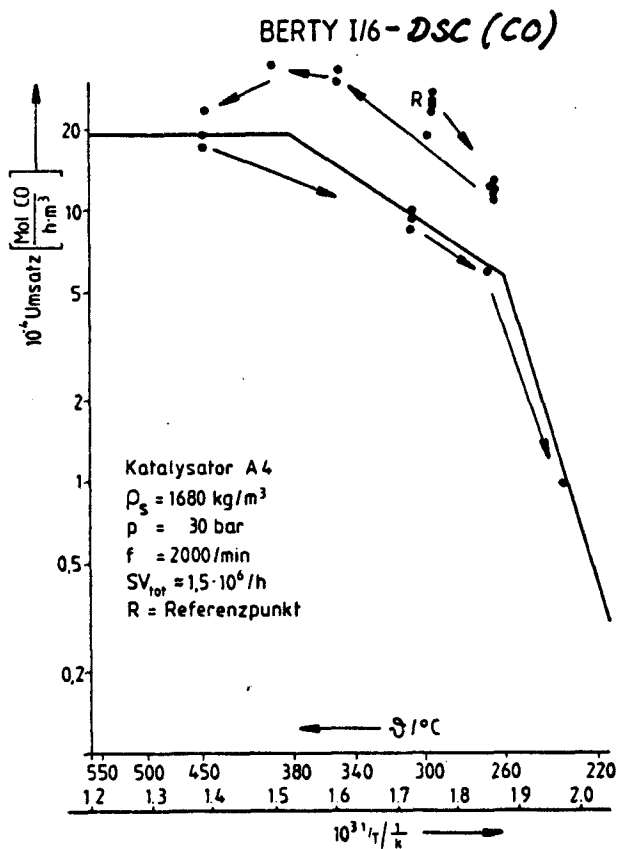


Bild 2.3:



3. Zu Programmpunkt 3.4

Technische Versuche zur Methanspaltung und Methanisierung (EVA I/ADAM I)

3.1 Arbeiten an EVA I

Im 1. Halbjahr 1982 wurden mit EVA I zwei Versuchsserien durchgeführt. In beiden Fällen wurde das Versuchsprogramm so abgestimmt, daß gleichzeitig eine Versuchsserie mit IRMA durchgeführt werden konnte.

Im Februar wurde ein umfangreiches Versuchsprogramm mit einem Präzisions-Spaltrohr durchgeführt, das nach ausführlichen Tests mit einer Katalysatorschüttung in 1981 nun mit einem Katalysatorkorbeinsatz versehen war. Die wichtigsten Versuchsergebnisse, die bei Verwendung des Katalysatorkorbeinsatzes (Variante II) gewonnen wurden, sind in diesem Bericht zusammengefaßt worden.

Die im Mai durchgeführte Versuchsreihe diente u.a. dazu, die Reproduzierbarkeit der im Februar gemessenen Daten zu bestätigen. Die Kinetik der Dampf-reformierung wurde im Temperaturbereich $500 < \vartheta < 600^{\circ}\text{C}$ überprüft. Druckverlustmessungen am ausschließlich mit Dampf durchströmten Spaltrohr dienten dazu, Unsicherheiten in der Druckverlustberechnung für Katalysatorschüttungen weiter einzugrenzen.

Bei der Durchführung o.gen. Experimente traten trotz großer Parametervariation keine nennenswerten Betriebsstörungen an EVA I auf.

In diesem Bericht werden 3 verschiedene Arten der Katalysatoranordnung miteinander verglichen. Dabei werden die Versuchsergebnisse im Hinblick auf die wichtigsten Verfahrensparameter Wärmetransport, Kinetik und Druckverlust eingehend diskutiert.

Einerseits wird ein Vergleich von

- loser Katalysatorschüttung mit dem
- Katalysatorkorbeinsatz (Variante II),
die beide im gleichen Präzisionsspaltrohr
untergebracht waren,
und andererseits ein Vergleich der Katalysatorkorbeinsätze der
- Variante I mit denen der
- Variante II
vorgenommen.

Vorgestellt wird der Flußplan des Reformer-Simulationsprogrammes. Dieser wurde auf den neuesten Stand gebracht und beschreibt den Rechenalgorithmus, der gegenüber der früheren Programmfassung wesentlich verbessert worden ist.

Das pneumatische Katalysatorwechselverfahren hat sich zwischenzeitlich auch am "originalen" Spaltrohr bewährt. Bei einigen Tests wurde überprüft, wie die Einschnürung von Spaltrohren (Flaschenhals) sich auf den pneumatischen Katalysatorwechsel auswirkt.

3.1.1 Versuch mit Katalysatorkörben (2. Variante)

3.1.1.1 Beschreibung des Katalysatorkorbeinsatzes

Bei diesem Versuch wurde das vorher mit einer Katalysatorschüttung versehene Präzisionsspaltrohr wieder verwendet. An Stelle einer losen Schüttung wurde eine korbformige mit Katalysator gefüllte Vorrichtung verwendet (s. Abb. 3.1), die ein sehr schnelles Entleeren des Spaltrohres durch einfaches Herausziehen der gesamten Vorrichtung erlaubt. Das Einführen der Vorrichtung mit z.B. frischer Katalysatorfüllung in das leere Spaltrohr ist bei entsprechender "Passung" ebenfalls mit normaler Seilzug-Geschwindigkeit möglich. Bei der Untersuchung der 1. Variante des Katalysatorkorbes (siehe NFE-Halbjahresbericht II/79) mußten wegen der großen Toleranzen im Spaltrohrdurchmesser größere Spalte von 1 - 2,5 mm Breite bei zentrischer Anordnung der Körbe in Kauf genommen werden. Bei der 2. Variante wurde bei Verwendung eines Präzisionsspaltrohres ($d_i = 103 \pm 0,3 \text{ mm}$) und der aus Lochblech gefertigten Körbe ($d_a = 101 \pm 0,5 \text{ mm}$) ein konzentrischer Spalt von 0,6 - 1,4 mm Breite realisiert. Durch Verwendung von Zwischenringen von $102,5 \pm 0,1 \text{ mm}$ Durchmesser an den Stoßstellen der 1 m langen Rohre aus Lochblech (s. Bild 3.2) konnte die mögliche Exzentrizität des Korbeinsatzes auf 0,1 - 0,5 mm begrenzt werden. Eine größere Exzentrizität von z.B. 1,4 mm, verursacht durch seitliches Anliegen des Korbeinsatzes, hätte einen größeren Bypassstrom im doppeltbreiten Spalt (z.B. 2,8 mm) und daher, wegen des verschlechterten Queraustausches des Prozeßgases, auch einen geringeren Umsatz zu Folge gehabt. Im Gegensatz zur Variante I wurden die Körbe nicht mehr einzeln (12 Stück) sondern - wegen Verzichts auf die jeweiligen Böden - weniger umständlich in einem Zuge gefüllt. Nach Bild 3.2 und 3.3 besteht der Korbeinsatz aus dem zentral angeordneten geraden Prozeßgas-Rückführungsrohr, aus auf diesem Rohr angebrachten Tragringen mit jeweils 3 sternförmig angebrachten Pratzen, den auf diesen Pratzen ruhenden Zentrier-Zwischenringen und den mit diesen Ringen fixier-

ten 1 m langen Rohrschüssen aus 1 mm dickem Lochblech. Den unteren Abschluß dieses aus insgesamt 14 Rohrschüssen bestehenden Katalysatorkorbeinsatzes bildet eine auf 3 Stützen stehende Lochplatte (Bild 3.4).

Beim Einbau des Korbeinsatzes in das Spaltrohr zeigte sich, daß bei den gewählten Abmessungen die untere Toleranzgrenze erreicht worden ist. Die Gewichtskraft des Korbeinsatzes von ca. 2000 N war gerade groß genug, um die Reibungskräfte zwischen dem Korbeinsatz und der Spaltrohrinnenwand zu überwinden.

Beim Ausbau betrug die Zugkraft ca. 4000 N, kurzzeitig 10.000 N, was durchaus tolerierbar ist. Während der beiden Versuchsreihen hatte die Höhe der Katalysatorschüttung sich von ursprünglich 13,85 m auf 13,56 m verringert. Überrascht waren wir von der Verformung der inneren Rückführung. Sie war offensichtlich gestaucht worden und hatte sich im Bereich oberhalb der Körbe um ca. 20 mm seitlich verbogen (Bild 3.6). Die Druckbelastung der inneren Rückführung hat sich, wie Bild 3.5 zeigt, offensichtlich auch auf die gelochte Bodenplatte ausgewirkt. Diese erstmalig an einer geraden Rückführung aufgetretenen Verformungen können in Zukunft durch entsprechende konstruktive Vorkehrungen, z.B. Schiebesitz im Bereich der unteren Lochscheibe, vermieden werden.

3.1.1.2 Versuchsprogramm

Das Versuchsprogramm für die Untersuchung des Korbeinsatzes war so angelegt, daß für einige sehr unterschiedliche Betriebszustände ein direkter Vergleich mit Meßpunkten des Schüttungsversuchs durchgeführt werden kann. Darüber hinaus wurden in der zweiten Betriebsphase im Mai 1982 drei Meßpunkte mit extrem niedrigen Prozeßgastemperaturen gefahren mit dem Ziel - wie weiter unten noch erläutert wird - die Kinetik der Reformierung zwischen 500 und 600 °C abzusichern. Außerdem wurde ein Meßpunkt gefahren, bei dem nur Dampf durch das Spaltrohr geleitet wurde, um Aufschluß über den Einfluß der Reaktion auf den Druckverlust zu erhalten.

Meßpunkte mit vergleichsweise schlechten Bilanzen wurden gestrichen und, soweit es der zur Verfügung stehende Betriebszeitraum zuließ, wiederholt.

Die eindeutige Kennzeichnung eines Betriebszustandes des Helium- und Prozeßgassystems im Bereich der Reaktionsstrecke erfordert die Angabe von 7

Parameterwerten, wenn die Erdgaszusammensetzung als bekannt vorausgesetzt wird. Eine übersichtliche Darstellung der Parameterkonstellationen im gesamten 7-dimensionalen Parameterfeld ist sehr schwierig. Beschränkt man sich jedoch auf das Prozeßgassystem, so läßt sich die durchgeführte Parametervariation graphisch veranschaulichen. Abb. 3.7 zeigt das von den ausgewerteten Meßpunkten der 1. Betriebsphase (Januar-Februar 1982) überstrichene Prozeßgasparameterfeld. In dieser Darstellung wird der Durchsatz durch die Lage eines schräg gestellten Kästchens im Koordinatensystem gekennzeichnet. Auf der Abszisse ist der Gesamtdurchsatz \dot{V}_{Ein} , beginnend mit dem Erdgasmengenstrom, aufgetragen. Daraus ergibt sich, daß die Werte des auf der Ordinate aufgetragenen $\text{H}_2\text{O} : \text{CH}_4$ -Molverhältnisses bei festem Erdgasmengenstrom auf einer schrägen Geraden liegen. Durch die Lage der Meßpunktnummer innerhalb des Kästchens wird die Spaltendtemperatur und der Eintrittsdruck des Prozeßgases angegeben. Innerhalb des Kästchens bewegt man sich nach oben, wenn die Spaltendtemperatur steigt oder der Eintrittsdruck abnimmt. Damit nimmt der Methanumsatz nach oben hin zu. Für den Meßpunkt 671 lauten die Versuchsparameter (runde Werte) beispielsweise:

$$\dot{V}_{\text{Ein}} (\text{Erdgas}) = 180 \text{ Nm}^3/\text{h}, \quad \text{H}_2\text{O} : \text{CH}_4 = 4, \quad T_{\text{PG}}^{\text{Aus}} = 825 \text{ }^\circ\text{C} \text{ und } p_{\text{PG}}^{\text{Ein}} = 40 \text{ bar.}$$

Abb. 3.8 gibt einen Überblick über wichtige Eckdaten aller Meßpunkte. Anhand von Meßpunkt 671 soll die gewählte Darstellungsweise erläutert werden. Im oberen Bildteil wird gezeigt, daß im Falle von MP 671 ein Helium-Massenstrom von 0,46 kg/sec durch den das Spaltrohr umgebenden Ringspalt floß. Der Helium-Massenstrom wurde hier nur wenig variiert, weil die Wärmeübergangsgesetze für die Heliumseite weitgehend bekannt sind. Im mittleren Bildteil sind die gemessenen Heliumtemperaturen am Ein- und Austritt des Ringspaltes eingetragen und mit einem dünnen senkrechten Balkenstrich miteinander verbunden. Ebenso wurde mit den Prozeßgastemperaturen verfahren. Die Prozeßgastemperaturen werden durch den breiten Balken gekennzeichnet, die Temperaturen des Produktgases in der inneren Rückführung durch den oberen punktierten Bereich. Beim Meßpunkt 671 betragen die Heliumtemperaturen ca. $940 \text{ }^\circ\text{C}$ am Eintritt und ca. $745 \text{ }^\circ\text{C}$ am Austritt. Unter diesen Bedingungen war es möglich, die Prozeßgastemperatur von ca. $520 \text{ }^\circ\text{C}$ auf ca. $820 \text{ }^\circ\text{C}$ anzuheben. Durch die Wärmerekupe-rierung wurde das Produktgas auf ca. $685 \text{ }^\circ\text{C}$ abgekühlt. Man sieht, daß die innere Rückführung etwa die Hälfte der fühlbaren Wärme liefert, die das Prozeßgas in der Reaktionszone zum Erreichen der Reformierungsendtemperatur noch aufnehmen muß. Im unteren Bildteil findet man den Erdgas-Mengenstrom ($180 \text{ Nm}^3/\text{h}$) als punktierten Balken und darüber den ca. 4-fachen Wassermengen-

strom eingetragen. Die kleinen Kästchen markieren den Prozeßgasdruck, wobei 1 Kästchen einer Druckdifferenz von 1 bar entspricht. Beim Meßpunkt 671 betrug der Prozeßgasdruck am Ende der Katalysatorschüttung 33 bar, in der Schüttung trat ein Reibungsdruckabfall von ca. 5 bar auf.

3.1.1.3 Überprüfung der Meßdaten

Unmittelbar erkennbare Ausfälle

Die Thermoelemente für das Heliumsystem wurden nach dem Schüttungsversuch im März 1981 nicht erneuert. Deshalb war die Helium-Temperaturmessung an Bilanzebene 4 und 5 von vornherein falsch. Das Erreichen des Versuchsziels - Gewinnung von Know How über das Prozeßgasverhalten im Korb-Katalysatorsystem - war dadurch nicht gefährdet.

Die Temperaturmessung der Spaltrohr-Außenwand an Bilanzebene 5 lieferte ebenfalls deutlich zu niedrige Werte.

Deutlich zu große Prozeßgas-Differenzdrücke wurden bei MP 725-727 zwischen Eintritt und Bilanzebene 6 gemessen. Ein zu geringer Differenzdruck war bei MP 701 zwischen Eintritt und Bilanzebene 5 zu verzeichnen.

Kontrolle der Gasanalyse

Es wurden verschiedene Kontrollrechnungen für die Analysen an Bilanzebene 2 bis 6 und die Produktgasanalyse durchgeführt:

- Vergleich des N : C-Verhältnisses (Gasanalyse EVA I) mit dem N : C-Verhältnis am Eintritt (vom Erdgaslieferanten angegebene Erdgaszusammensetzung)
- Ermittlung des H_2O -Molenbruchs über C : O- und H : O-Bilanzierung und Vergleich der Werte.
- Berechnung der Molenströme und Vergleich der Zunahme an Produkten (CO und CO_2 bzw. H_2) mit der über die Reaktionsgleichungen korrelierten Abnahme an Edukten (CH_4 und höhere Kohlenwasserstoffe)

Toleranzgrenzen wurden abgeschätzt für den Fall, daß die Peakflächen in den Chromatogrammen eine Genauigkeit von $\pm 2\%$ aufweisen. Diese Toleranzgrenzen wurden nur an Bilanzebene 2 und 3 überschritten. Dies war zu erwar-

ten, da die Messung des an Bilanzebene 2 und 3 noch vorhandenen Äthans mit geringerer Genauigkeit erfolgte und die weiteren höheren Kohlenwasserstoffe nicht analysiert wurden.

Kontrolle der Mengenmessung

Für den Durchsatz wurden bei der Auswertung nur die am Eintritt gemessenen Mengenströme zugrundegelegt. Die Messungen am Austritt dienten nur der Kontrolle. Einige Ausreißer sind auf Fehlmessungen am Austritt zurückzuführen, da keine entsprechende Auswirkung auf die Wärmebilanz (bei der ebenso wie bei der Auswertung die am Eintritt gemessenen Mengenströme zugrunde gelegt werden) erkennbar ist.

Umfassende Kontrolle durch Wärmebilanz

Nach dem 1. Hauptsatz gilt in sehr guter Näherung

$$\frac{\dot{Q}_{\text{He}} + \dot{Q}_{\text{IR}}}{\Delta \dot{H}_{\text{PG}}} = 1, \quad (1)$$

wobei \dot{Q}_{He} und \dot{Q}_{IR} die vom Helium bzw. der inneren Rückführung an das Prozeßgas abgegebene Wärme und $\Delta \dot{H}_{\text{PG}}$ die Enthalpiezunahme des Prozeßgases bezeichnen. Die Bereiche der Wärmebilanzwerte für alle diejenigen Rohrabschnitte, die von Bilanzebenen mit intakten Helium-Thermoelementen berandet werden, sind zufriedenstellend:

Bilanzebene 2-3: 1,02 - 1,20 (höhere Kohlenw. an B.eb.2!)

Bilanzebene 2-6: 1,03 - 1,12 (höhere Kohlenw. an B.eb.2!)

Bilanzebene 3-6: 0,99 - 1,05

3.1.1.4 Direkter Vergleich von Korbeinsatz und Schüttung

Einbuße in der Spaltendtemperatur und im Methanumsatz

In Abb. 3.9 sind die Temperaturprofile eines Meßpunktes des Schüttungsversuchs (MP 619, durchgezogene Linien) dargestellt. Dieser Meßpunkt weist Betriebsbedingungen auf, wie sie für eine spätere Anwendung relevant sind. Die Helium-Eintrittstemperatur beträgt 946 °C. Die erzielte Spaltendtemperatur (Reformierungsendtemperatur) liegt mit 835 °C um 111 grd tiefer.

Die Leistungsfähigkeit des Korbeinsatzes gegenüber der Schüttung wurde für

einige Betriebszustände auch in direktem Vergleich ermittelt. Beispielsweise wurde bei Meßpunkt 671 des Korbversuchs die Spaltendtemperatur nunmehr als freier Parameter gewählt. Für die Einstellparameter wurden die Meßwerte von MP 619 genau vorgegeben.

Die unter diesen Bedingungen beim Korbeinsatz gemessenen Temperaturprofile (gestrichelte Linien) sind in Abb. 3.9 ebenfalls eingezeichnet. Man erkennt, daß die Prozeßgastemperatur über der gesamten Rohrlänge schwächer ansteigt als im Falle der Schüttung. Am Ende der Reaktionszone wird eine um 15 grd geringere Spaltendtemperatur erreicht. Der Methanumsatz, der bei der Schüttung noch 75 % betrug, sinkt auf 69 %.

Die Verschiebung der Außenwandtemperatur nach oben zeigt, daß sich beim Korbeinsatz der Wärmeübergang von der Spaltrohrwand an das Prozeßgas verschlechtert hat (unveränderte Bedingungen für den Wärmeübergang auf der Heliumseite).

Der somit auch insgesamt verschlechterte Wärmeübergang beim Korbeinsatz hat sowohl höhere Temperaturspannen Helium-Prozeßgas als auch geringere Wärmestromdichten zur Folge. Daraus resultiert für das Helium eine geringere Wärmeabgabe und ein schwächerer Temperaturabfall.

Ausgleich der Prozeßgas-Temperaturabsenkung durch Anhebung der Helium-Eintrittstemperatur

In der gleichen Weise wie oben beschrieben wurde bei einem Meßpunkt mit niedriger Spaltendtemperatur (MP 670) verfahren. Man entnimmt Abb. 3.10, daß in diesem Falle die Spaltendtemperatur um 9 grd geringer war als bei MP 621 des Schüttungsversuchs. Zusätzlich wurde nun eine Anhebung der Helium-Eintrittstemperatur vorgenommen (MP 669, punktierte Linien). Die Helium-Temperaturerhöhung um 13 grd führte wieder zu der gleichen Spaltendtemperatur wie bei der Schüttung. Im Methanumsatz war nun kein signifikanter Unterschied mehr zu beobachten ($U_{CH_4} = 51 \%$ anstatt 52 % bei der Schüttung).

Insbesondere läßt sich feststellen, daß der Temperaturverlauf des Prozeßgases bei Schüttung und Korbeinsatz keinen Unterschied aufweist, wenn die gleichen Eintritts- und Spaltendtemperaturen eingestellt werden. Daraus und aus der Tatsache, daß praktisch die gleichen Methanumsätze erzielt werden, läßt sich bereits an dieser Stelle folgern, daß die Gesetzmäßigkeiten für die Kinetik der Reformierung beim Korbeinsatz denen bei der Schüttung entspre-

chen. Andernfalls wären Abschnitte mit steilerem Temperaturanstieg (bei verminderter "Reaktivität") und Abschnitte mit schwächerem Temperaturanstieg (bei verbesserter Kinetik) zu beobachten.

3.1.1.5 Wärmeübergang

Wärmestromdichte

Zur Ermittlung der Wärmeübergangszahlen muß neben den Temperaturprofilen auch der Verlauf der Wärmestromdichte (Wärmestrom durch die Spaltrohrwand) bekannt sein. Da für die Heliumtemperaturen an einigen Bilanzebenen keine gültigen Meßwerte vorlagen, konnte hier nicht auf die Abnahme der Heliumwärme zurückgegriffen werden.

Es steht jedoch noch ein weiterer Berechnungsweg zur Verfügung, bei dem auf die Meßgrößen des Prozeßgassystems zurückgegriffen wird. Der Wärmestrom durch ein Segment der Spaltrohrwand $\dot{Q}_{\text{He-PG}}$ ist gleich der vom Prozeßgas insgesamt aufgenommenen Wärme \dot{Q}_{PG} (ergibt sich aus der Enthalpiestromzunahme $\Delta \dot{H}_{\text{PG}}$), vermindert um den Wärmezustrom von der inneren Rückführung \dot{Q}_{IR} (ergibt sich aus der Enthalpiestromabnahme des Produktgases in der inneren Rückführung $\Delta \dot{H}_{\text{IR}}$). Als mittlere Wärmestromdichte $\bar{q}_{\text{He-PG}}$ in einem Rohrabschnitt (Bezug auf die Innenoberfläche der Spaltrohrwand A_i) erhält man dann

$$\bar{q}_{\text{He-PG}} = \frac{\Delta \dot{H}_{\text{PG}} - \dot{Q}_{\text{IR}}}{A_i} \quad (2)$$

Die Ermittlung der Wärmestromdichten an den Bilanzebenen erfolgte in der Weise, daß die so erhaltenen Mittelwerte als Näherungswerte an den Mitten der Rohrabschnitte benutzt und diese durch Geraden miteinander verbunden wurden.

Wärmeübergang Helium-Spaltrohrwand

Wie beim Schüttungsversuch (siehe vorangegangener Halbjahresbericht) konnten die Wärmeübergangszahlen α_{He} für den Wärmetransport vom Helium an die Spaltrohraußenwand an den Bilanzebenen 2, 3 und 6 aus störungsfreien Meßgrößen ermittelt werden.

$$\alpha_{\text{He}}(\text{exp.}) = \frac{\dot{q}_{\text{He}}}{T_{\text{He}} - T_{\text{W,a}}} \quad (3)$$

Der Vergleich mit berechneten Wärmeübergangszahlen α_{He} (ber.) (konvektiver Anteil nach VDI-Wärmeatlas, siehe NFE-HJ-Bericht II/1981, und Strahlungsanteil wie im NFE-HJ-Bericht I/1980 angegeben) ergab, gemittelt über die Meßpunkte 660-698:

Bilanzebene 2	α_{He} (ber.) / α_{He} (exp.)	= 1,07 (März 1981: 1,00)
Bilanzebene 3	"	= 0,99 (" " : 0,96)
Bilanzebene 6	"	= 0,81 (" " : 0,97)

Die Werte an Bilanzebene 2 und 3 zeigen eine sehr gute Übereinstimmung zwischen Rechnung und Experiment. Während beim Schüttungsversuch im März 1981 auch für Bilanzebene 6 eine gute Übereinstimmung gefunden wurde, ist beim Korbversuch (die Helium-Thermoelemente wurden nicht ausgewechselt) an Bilanzebene 6 vermutlich bereits eine Beeinträchtigung der Helium-Thermoelemente, verbunden mit einem Absinken der Thermospannung, eingetreten.

Wärmeübergang Spaltrohrwand-Prozeßgas beim Korbeinsatz und Vergleich mit der Schüttung

Die zentrale Frage bei der Untersuchung des Korbeinsatzes war, in welchem Maße der Wärmeübergang von der Spaltrohrwand an das Prozeßgas im Vergleich zur Schüttung beeinträchtigt wird. Ein solcher Vergleich gewinnt an Übersichtlichkeit, wenn eine Darstellung gefunden werden kann, bei der die Wärmeübergangszahlen jeweils auf einer einheitlichen Kurve oder in einem schmalen Band liegen.

Für den Schüttungsversuch wurde im vorangegangenen NFE-HJ-Bericht eine im gesamten untersuchten Parameterbereich gültige Korrelationsbeziehung für $\alpha_{\text{W-PG}}$ (Schüttung) angegeben. Mit dieser Beziehung für den Fall der Schüttung berechnete Wärmeübergangszahlen fallen praktisch zu einer einzigen Kurve zusammen, wenn man auf der Abszisse diejenige mittlere Strömungsgeschwindigkeit im katalysatorfrei gedachten Spaltrohr aufträgt, die bei einem Druck von 40 bar vorhanden wäre. Dies zeigt Abb. 3.11. Die obere Kurve

$$\alpha_{\text{W-PG}} (\text{Schüttung}) = 834 \cdot \left(W_{\text{leer}} \frac{p}{40 \text{ bar}} \right)^{0,75} \quad (4)$$

liegt nahe bei allen berechneten Werten. $\alpha_{\text{W-PG}}$ (Schüttung) ist somit für das hier untersuchte Spaltrohr im Bereich der angegebenen Betriebsbedingungen in guter Näherung nur noch von einer Variablen abhängig, nämlich dem Produkt aus $W_{\text{leer}} \cdot p$.

Beim Korbeinsatz wurden die Wärmeübergangszahlen $\alpha_{W-PG}^{\text{Korb}} (\text{exp.})$ an Bilanz-ebene 2, 3, 4 und 6 folgendermaßen aus den Meßgrößen ermittelt:

$$\alpha_{W-PG}^{\text{Korb}} (\text{exp.}) = \frac{\dot{q}_{\text{He}}}{T_{W,i} - T_{PG}} \quad (5)$$

Die Ermittlung von $T_{W,i}$ erfolgte dabei über die gemessene Spaltrohr-Außenwandtemperatur $T_{W,a}$ (defekt an Bilanzebene 5). Abb. 3.11 zeigt das Versuchsergebnis. Die Wärmeübergangszahlen lassen sich auch hier durch eine einheitliche Kurve beschreiben. Die Streuung der Werte ist auf Meßungenauigkeiten zurückzuführen. Man sieht, daß die Wärmeübergangszahlen α_{W-PG} beim Korbeinsatz an allen Bilanzebenen und bei sämtlichen Betriebsbedingungen stets um ca. 32 % geringer sind als im Falle der Schüttung.

3.1.1.6 Druckverlust

Die Profile des Prozeßgasdrucks zeigten den typischen zum Ende der Reaktionszone hin stärker abfallenden Verlauf. Absolut- und Differenzdruckmessungen standen in Einklang. Der höchste Druckverlust von ca. 10 bar innerhalb der Reaktionszone wurde bei Meßpunkt 695 gemessen (maximaler Durchsatz bei ca. 20 bar). Hier betrug der Druckabfall in der Rückführung ca. 6 bar.

In Abb. 3.12 sind für Schüttung und Korbeinsatz die zwischen Bilanzebene 2 und 6 gemessenen Druckverluste über dem Feedgasmengenstrom mit der Spaltendtemperatur als Parameter aufgetragen. Alle Kurven steigen näherungsweise proportional zum Quadrat des Normvolumenstromes am Eintritt \dot{V}_{ein} . Man erkennt, daß die beim Korbeinsatz gemessenen Druckverluste im gesamten untersuchten Bereich ca. 40 % geringer sind als bei der Schüttung.

Dieser geringere Druckverlust ist dem Ringspalt zwischen Spaltrohr und Korb zuzuschreiben, wie die folgende Betrachtung zeigt. Der bei einer Schüttung in Wandnähe vorhandene Bereich hohen lokalen Lückengrades, in dem bekanntlich erheblich höhere Strömungsgeschwindigkeiten auftreten als im Kern der Schüttung, wird beim Korbeinsatz noch vergrößert. Dies hat zur Folge, daß ein größerer Prozeßgasanteil mit erhöhter Geschwindigkeit in der Randzone strömt. Bei gleicher mittlerer Strömungsgeschwindigkeit ist somit die Geschwindigkeit im wandfernen Bereich beim Korbeinsatz geringer als bei der Schüttung und damit auch der Druckverlust.

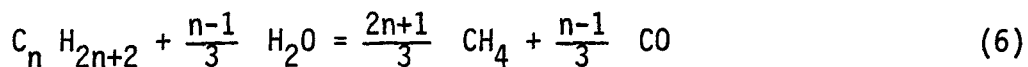
3.1.1.7 Kinetik

Weiter war die Frage zu klären, ob die veränderten Strömungsverhältnisse beim Korb im Vergleich zur Schüttung neben der Verschlechterung des Wärmeübergangs (und dementsprechender Umsatzeinbuße) auch spezifische Veränderungen beim Stoffumsatz nach sich ziehen.

Die Umsatzprofile und die Gleichgewichtsabstände zeigten qualitativ das gleiche Verhalten wie beim Schüttungsversuch:

- Weitgehende Annäherung an das Gleichgewicht am Spaltrohrenende (Umsatz-Approach ≤ 4 %-abs. $\hat{=}$ ca. 20 grd in allen Fällen)
- keine nennenswerte Vergrößerung des Gleichgewichtsabstandes bei hohen Durchsätzen
- bei niedrigem Prozeßgasdruck zunächst großer Gleichgewichtsabstand auf etwa der halben Rohrlänge.

Bei einigen Meßpunkten konnte an Bilanzebene 2 (nach 1 m) ein scheinbar negativer CH_4 -Umsatz (CH_4 -Molenstrom größer als am Eintritt) beobachtet werden. Diese den Methan-Abbau übersteigende Methan-Bildung ist der schnellen Reaktion der höheren Kohlenwasserstoffe mit H_2O , z.B. entsprechend



zuzuschreiben.

Aus den Molenströmen (bzw. Normvolumenströmen) an den Bilanzebenen wurden mittlere Reaktionsgeschwindigkeiten ermittelt. Da sich im Anfangsbereich Methanabbau und Methanbildung überlagern, wurde dieser Bereich (Eintritt-Bilanzebene 3) hier und bei der weiteren Auswertung ausgeklammert. Das bedeutet aber auch, daß bei Eintrittstemperaturen um 500°C keine sicheren Angaben über die Kinetik der Methanumsetzung unterhalb etwa 600°C gemacht werden können. Bei der 2. Betriebsphase wurden deshalb Meßpunkte mit extrem niedrigen Prozeßgastemperaturen ($T_{\text{PG}}^{\text{Ein}} = 400^\circ\text{C}$, $T_{\text{PG}}(\text{Kat. aus}) = \text{ca. } 600^\circ\text{C}$, siehe Abb. 3.8) gefahren. Auf diese Weise konnte die Kinetik auch zwischen 500 und 600°C ermittelt werden.

Beim Schüttungsversuch konnten die gemessenen Reaktionsgeschwindigkeiten

r_{CH_4} für die Methanumsetzung durch eine einfache Kinetikbeziehung wiedergegeben werden:

$$r_{\text{CH}_4} = k \cdot p_{\text{CH}_4} \cdot \text{Bremstern} \quad (7)$$

$$k = k_0 \cdot (w - 1,5 \text{ m/s}) \cdot \exp \left(- \frac{73,5 \text{ kJ/mol}}{RT} \right) \quad (8)$$

$$k_0 = 2,64 \cdot 10^6 \text{ Nm}^3(\text{CH}_4)/(\text{m}^3_{\text{Kat(bulk)}} \cdot \text{h} \cdot \text{bar} \cdot \text{m/s}) \quad (9)$$

$$w = w_{\text{leer}}/\epsilon \quad (10)$$

$$\text{Bremstern} = 1 - (p_{\text{CO}} p_{\text{H}_2}^3 / p_{\text{CH}_4} p_{\text{H}_2\text{O}} K_p) \quad (11)$$

Die Auswertung des Korbversuchs ergab, daß diese Beziehung ihre Gültigkeit behält, wenn man als mittlere Geschwindigkeit w die über den gesamten Strömungsquerschnitt (Spaltrohr innen - Rückführung außen) gemittelte Geschwindigkeit einsetzt (Berücksichtigung der Raumerfüllung durch Korb und Katalysator). Bei sehr kleinen Geschwindigkeiten verliert diese Beziehung allerdings naturgemäß ihre Gültigkeit. Für Strömungsgeschwindigkeiten größer als 3 m/s stimmen die ermittelten Reaktionsgeschwindigkeitskonstanten k_{Korb} bis auf $\pm 20 \%$ mit Gl. (4) überein.

Abb. 3.13 veranschaulicht die Abhängigkeit der Reaktionsgeschwindigkeitskonstanten k (bzw. k_{Korb}) von der Prozeßgastemperatur und der Strömungsgeschwindigkeit. Der für den Korbeinsatz überprüfte Gültigkeitsbereich ist ebenfalls eingezeichnet.

Der hier angegebene Kinetikansatz bezieht sich auf die Katalysatormenge ($\text{m}^3_{\text{Kat(bulk)}}$). Diese ist beim Korbeinsatz um 11 % geringer. Um diesen Prozentsatz ist die katalytische Wirksamkeit der insgesamt betrachteten Katalysatorfüllung herabgesetzt.

Da diese aber nach wie vor sehr hoch ist (weitgehende Annäherung an das Gleichgewicht) ist die dadurch bedingte Umsatzeinbuße vernachlässigbar gering.

Die Tatsache, daß die mittlere Strömungsgeschwindigkeit beim Korbeinsatz 8 % geringer ist, hat praktisch keine Auswirkung auf den erzielten Methan-

umsatz. Zwar ist k_{Korb} entsprechend geringer, dies wird aber durch die längere Verweilzeit im Spaltrohr kompensiert.

Zusammenfassend läßt sich somit feststellen, daß beim Korbinsatz im Vergleich zur Schüttung eine erhebliche Beeinträchtigung des Wärmeübergangs auftritt, daß aber im Vergleich dazu das Verhalten der Korbstrecke bei der chemischen Umsetzung zu keinen weiteren nennenswerten Nachteilen führt.

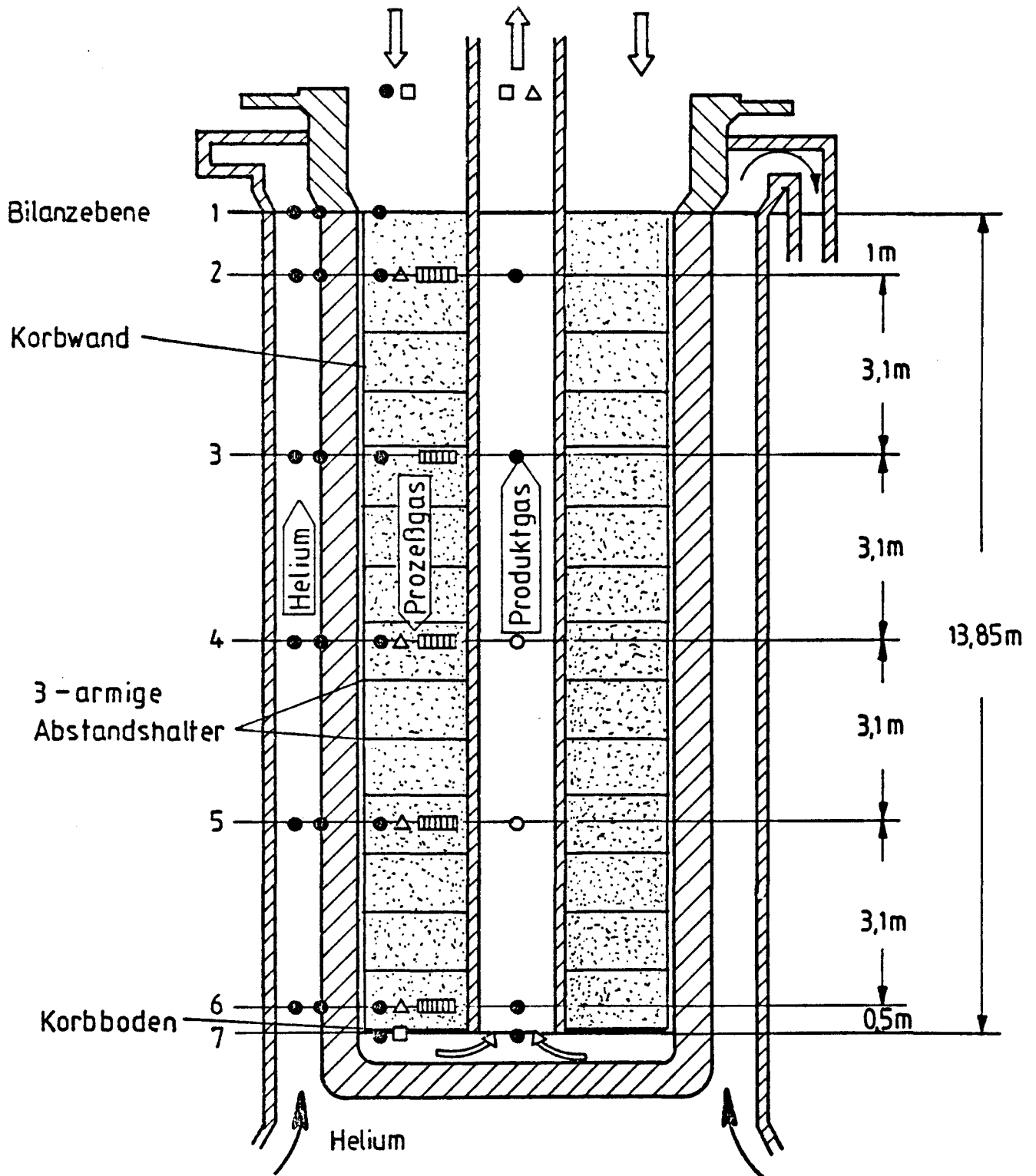
3.1.1.8 Vergleich mit Korbinsatz-Variante I

Bei dem im März 1980 untersuchten Korbinsatz (Variante I, s. NFE-HJ-Bericht I/1980) waren die Korbwände nicht aus Lochblech, sondern aus einem Drahtnetz gefertigt. Ein weiterer wesentlicher Unterschied war die größere Spaltweite bei Variante I, da dort ein normales Spaltrohr verwendet wurde. In Tabelle 3.2 werden die geometrischen Daten und die wichtigsten Versuchsergebnisse gegenübergestellt.

Durch die Aufbohrung des Spaltes (Präzisions-Spaltrohr) war bei der Variante II ein engerer Ringspalt realisiert worden. Dennoch konnte die erwartete geringere Beeinträchtigung des Wärmeübergangs (ausgehend von einer Schüttung) nicht bestätigt werden. In beiden Fällen wurde ein um ca. 30 % schlechterer Wärmeübergang Spaltrohrwand-Prozeßgas beobachtet. (Das entspricht einem ca. 45 % größeren Wärmeübergangswiderstand). Der Grund hierfür wird darin gesehen, daß eine Verbesserung des Wärmeübergangs infolge schmalerer Bypassströmung bei Variante II durch die veränderte Wandstruktur (Lochblech anstatt Drahtgeflecht), die die Turbulenz des Bypassstroms herabsetzt, gerade wieder kompensiert wird.

In ihrer Auswirkung auf den Druckverlust kompensieren sich diese gegensätzlichen Einflüsse nicht. Bei Variante II sinkt der Druckverlust im Vergleich zur Schüttung nur noch auf 60 % (40 % bei Variante I).

Die chemischen Umsetzungen innerhalb des Katalysatorbereichs verliefen bei den Versuchen mit Schüttung und Korbinserten praktisch nach denselben Gesetzmäßigkeiten. Ein geringerer Methanumsatz bei den Korbversuchen ist somit im wesentlichen dadurch bedingt, daß der verschlechterte Wärmeübergang geringere Prozeßgastemperaturen zur Folge hat. Im Vergleich dazu führt die etwas geringere Katalysatormenge bei den Korbinserten nur zu einer vernachlässigbar geringen Umsatzeinbuße.



Meßstellen im Spaltrohr

- Temperatur (1 Thermoelement)
- Temperatur (2 Thermoelemente)
- Absolutdruck
- △ Differenzdruck (Eintritt - Bilanzebene)
- ▤ Analyse (CH_4 , C_2H_6 , CO , CO_2 , H_2 , N_2)

Abb.31: Versuchsanordnung u. Meßinstrumentierung

Spaltrohr

Innendurchmesser	$D_i = 103,0 \pm 0,3$	mm
Außendurchmesser	$D_a = 126,0$	mm
aktive Länge	$L_{akt} = 13,85$	m
Gesamtlänge	$L_{ges} = 16,05$	m
Material	1.48.48	

Gerade innere Rückführung

Außendurchmesser	$D_{IR,a} = 30$	mm
Innendurchmesser	$D_{IR,i} = 25$	mm
Länge	$L_{IR} = 16,85$	m

Helium-Führungsrohr

Innendurchmesser	$D_{RS,i} = 155,0$	mm
Außendurchmesser	$D_{RS,a} = 165,0$	mm
Länge bis Heliumumlenkung	$L_{beh} = 15,0$	m

Katalysator

Form	Raschig-Ringe	
Typ	G 56 H (Girdler)	
mittl. Außendurchmesser	$d_{Kat,a} = 9,8$	mm ($\pm 0,7$ mm)
mittl. Innendurchmesser	$d_{Kat,i} = 3,6$	mm ($\pm 0,2$ mm)
mittl. Höhe	$h_{Kat} = 9,8$	mm ($\pm 0,5$ mm)
Lückengrad (nur Kat. berücks.)	$\epsilon_{Kat.} = 0,525$	

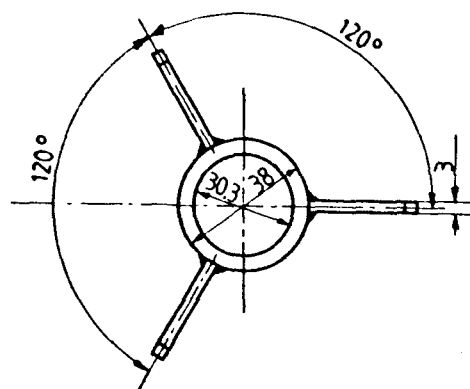
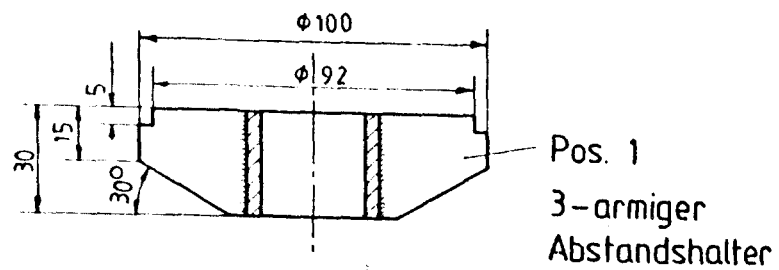
Korbeinsatz

Außendurchmesser Korbwand	$D_{Korb,a} = 101 \pm 0,5$	mm
Weite Ringspalt	$s_{Spalt} = 1,0 \pm 0,4$	mm
Außendurchmesser Zwischenring (Wulst)	$D_{Wulst} = 102,5 \pm 0,1$	mm
Länge Korbwandsegment	$L_{Segment} = 1000$	mm
Dicke Korbwand	$s_{Korbwand} = 1,0$	mm
Gesamt-Lückengrad	$\epsilon = 0,504$	

Tab. 3.1: Geometrische Daten der Korbstrecke (Variante II)



Bild 3.2 : An die Rückführung angeschweißter 3-armiger Abstandhalter mit aufgelegtem Zwischenring. Die Abschnitte der Korbwand sind jeweils bis zum Anschlag an der ringförmigen Wulst über die Zwischenringe geschoben.



Pos. 3
Korbwand
aus Lochblech

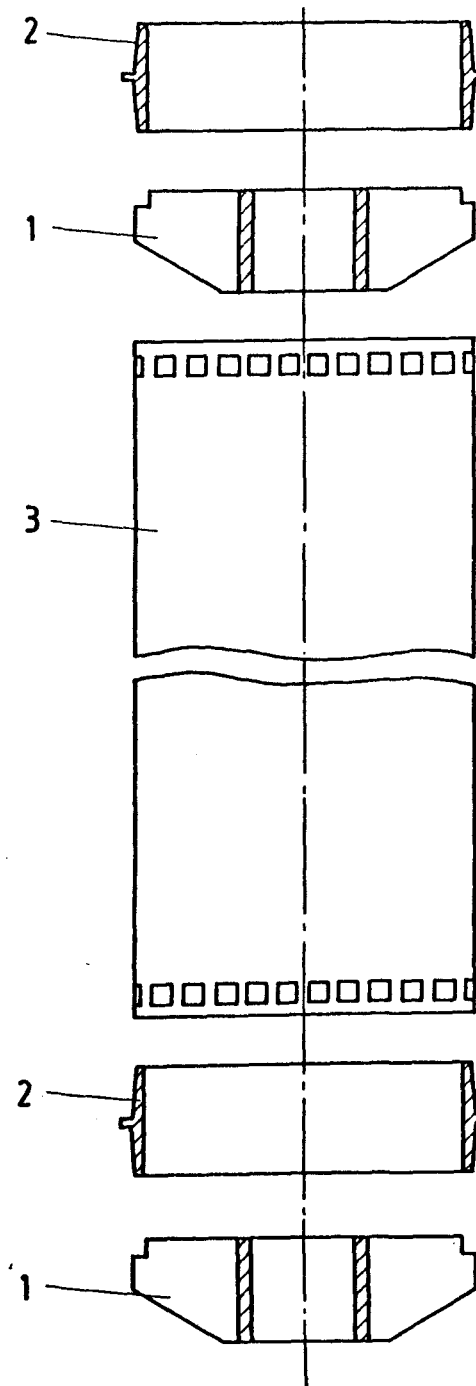
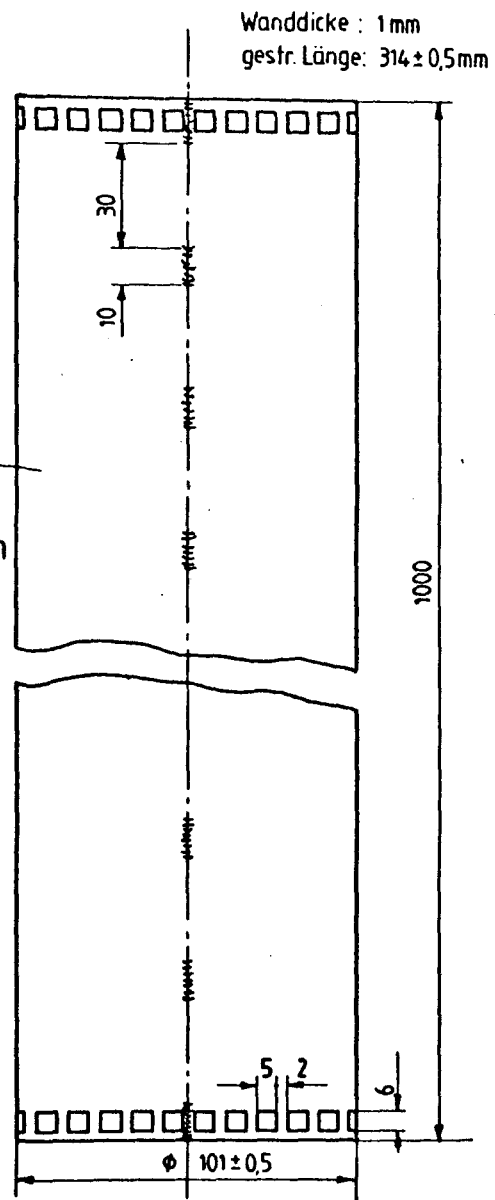


Abb.3.3: Korbhalterung

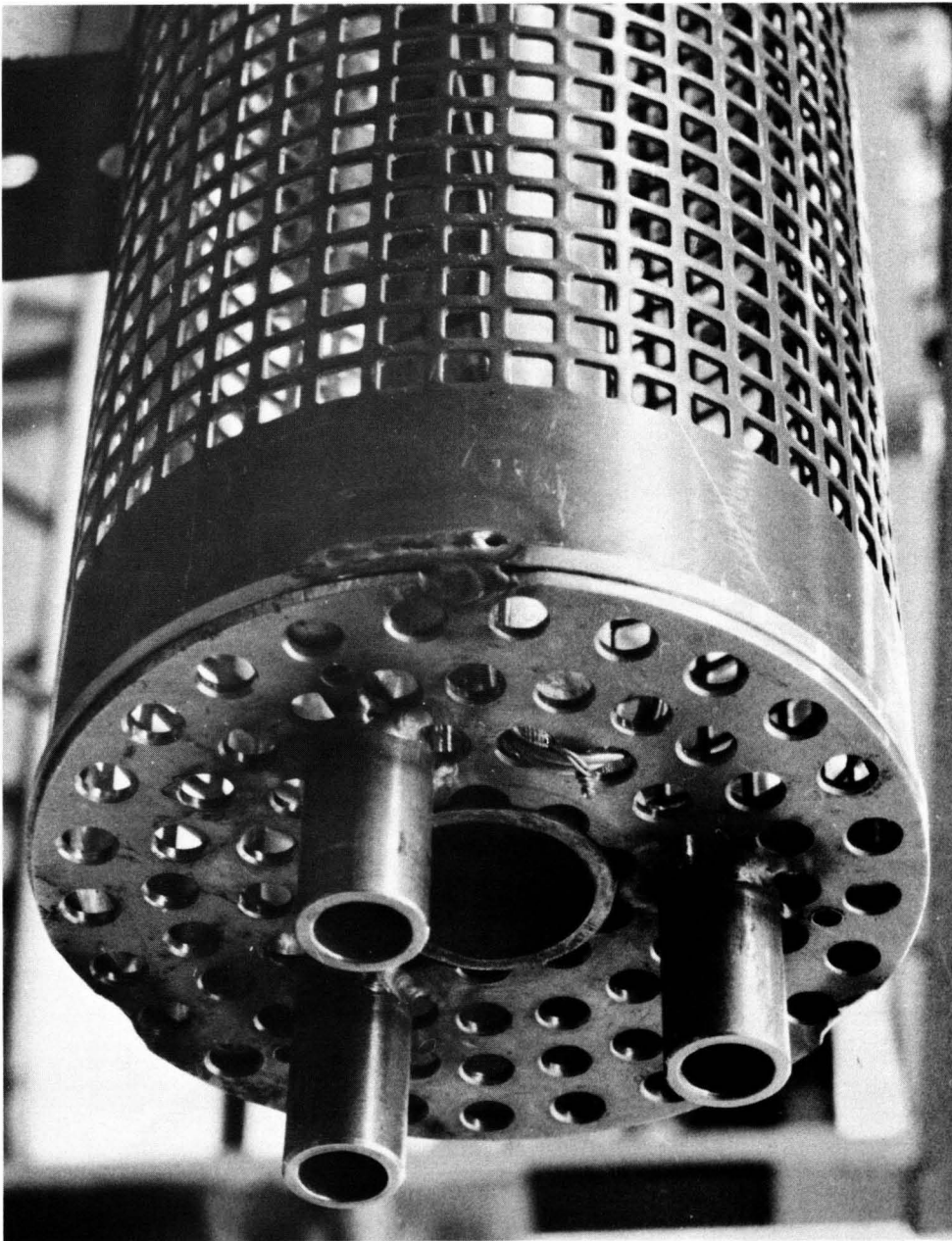


Bild 3.4 : Boden des Korbeinsatzes (vor dem Befüllen mit Katalysator)

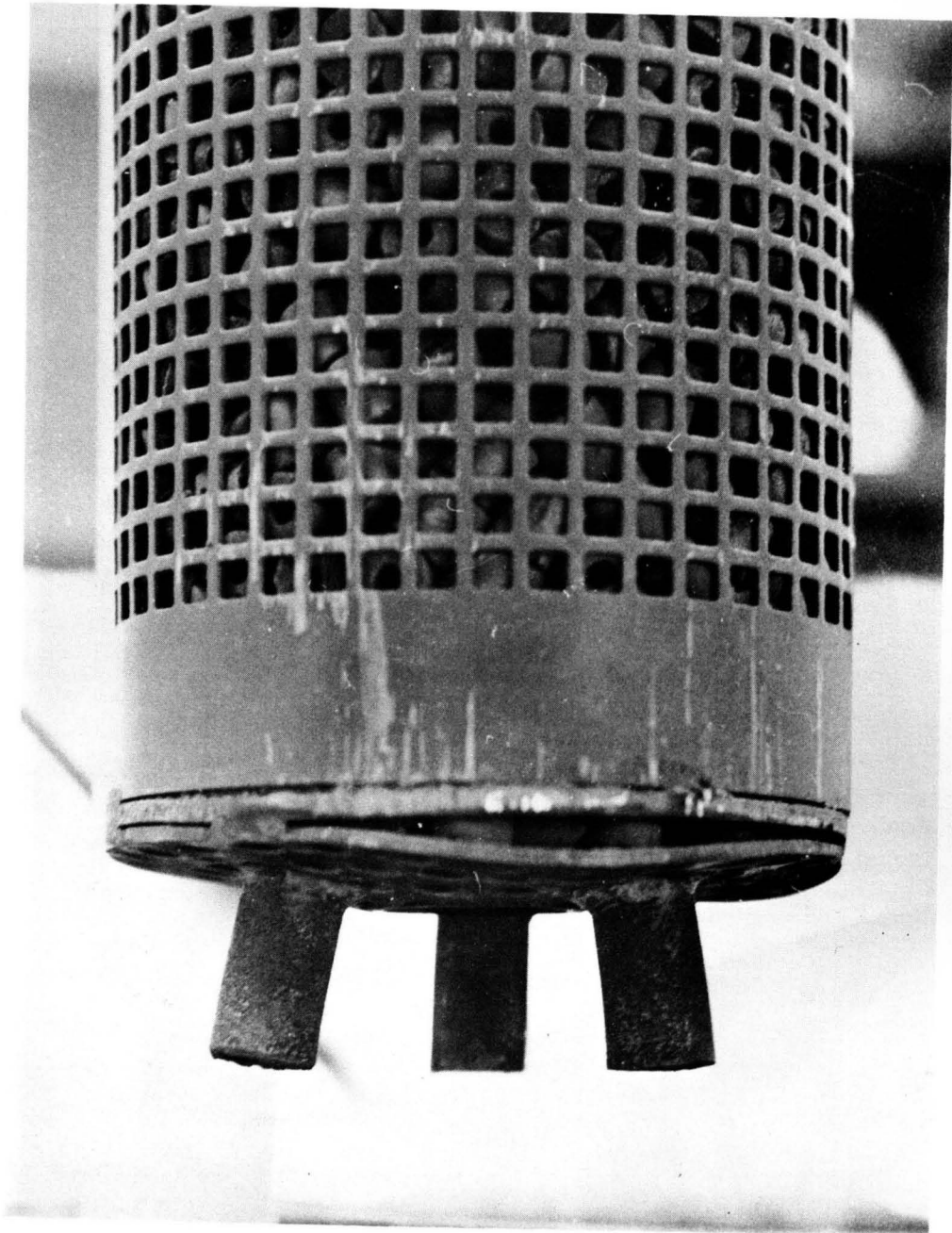


Bild 3.5 : Aufgewölbter Boden des Korbeinsatzes (nach dem Versuch)



Bild 3.6: Seitliche Verbiegung der Rückführung oberhalb der Körbe (links-gerades Vergleichsrohr)

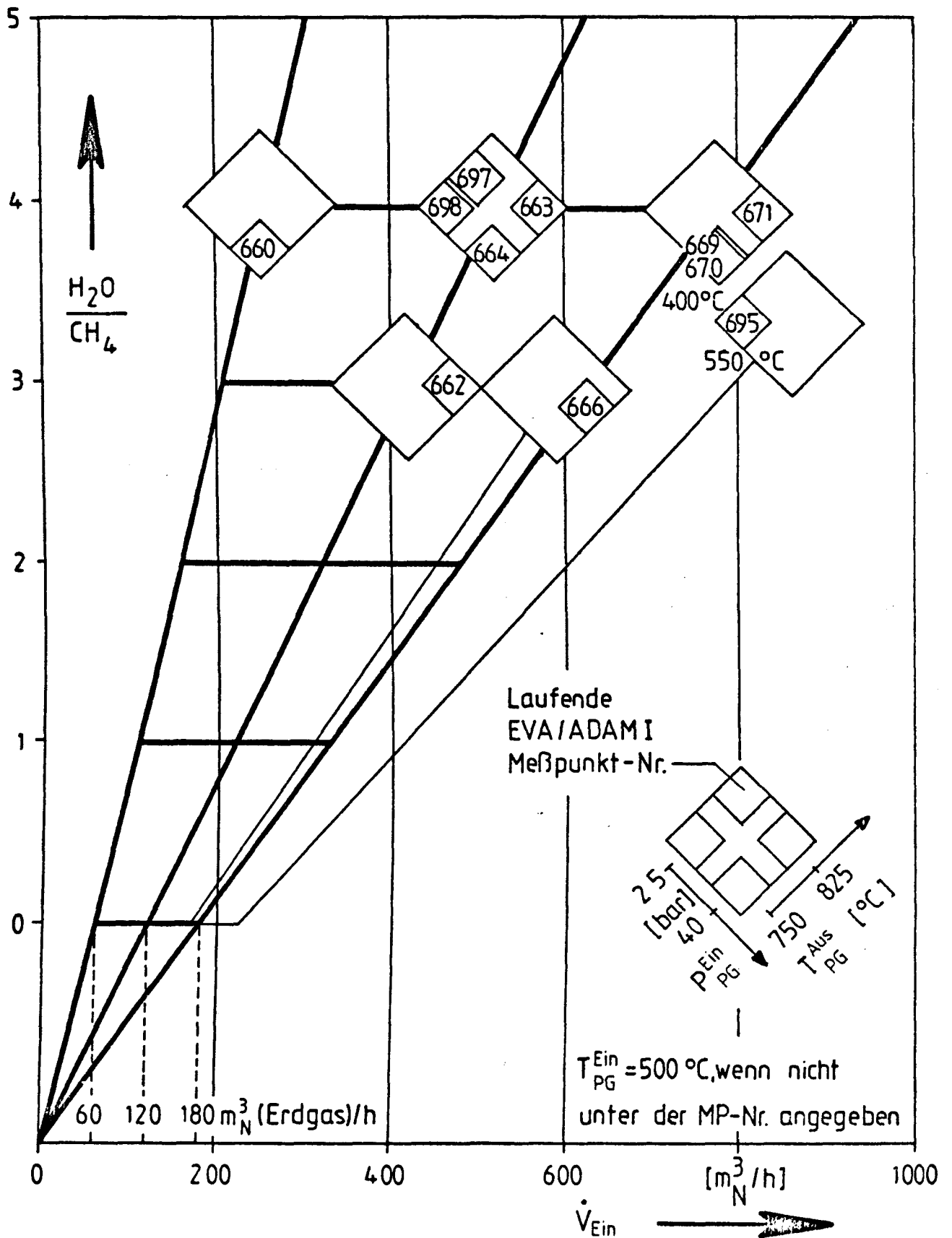


Abb.3.7: Prozeßgasparameterfeld der ausgewerteten Meßpunkte (1. Betriebsphase)

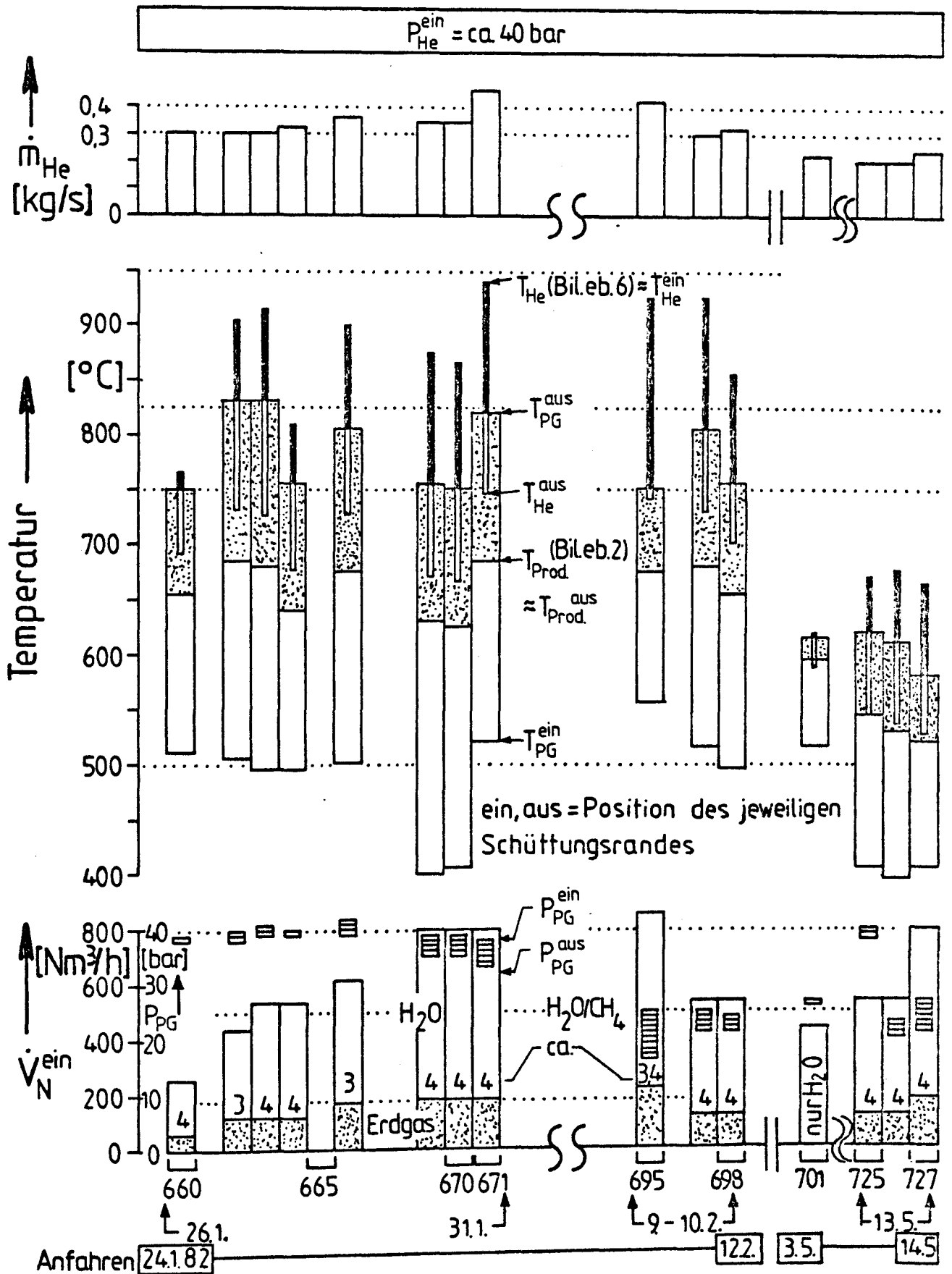


Abb.3.8: Parametervariation beim Versuchsablauf

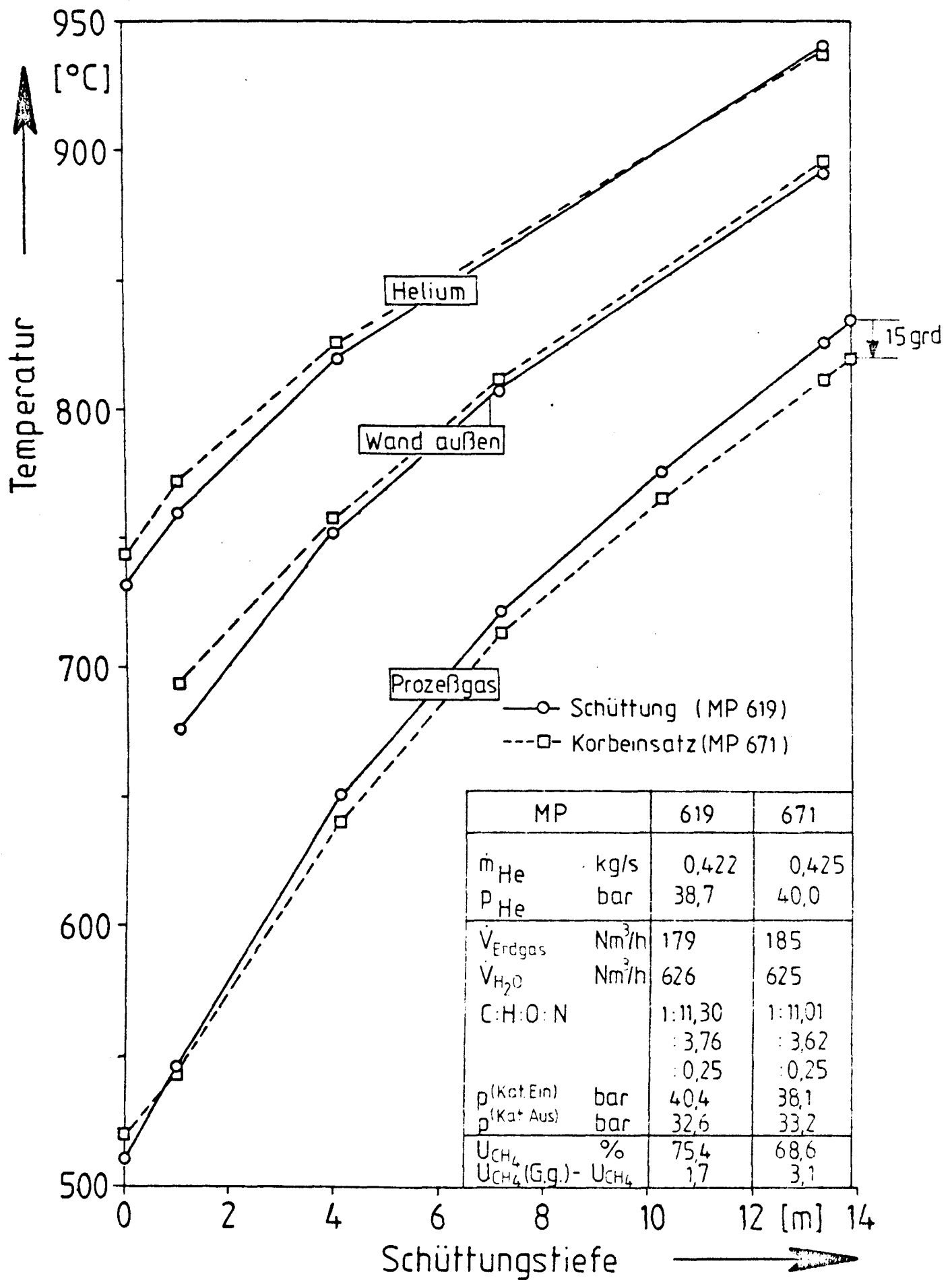


Abb. 3.9: Temperaturprofile

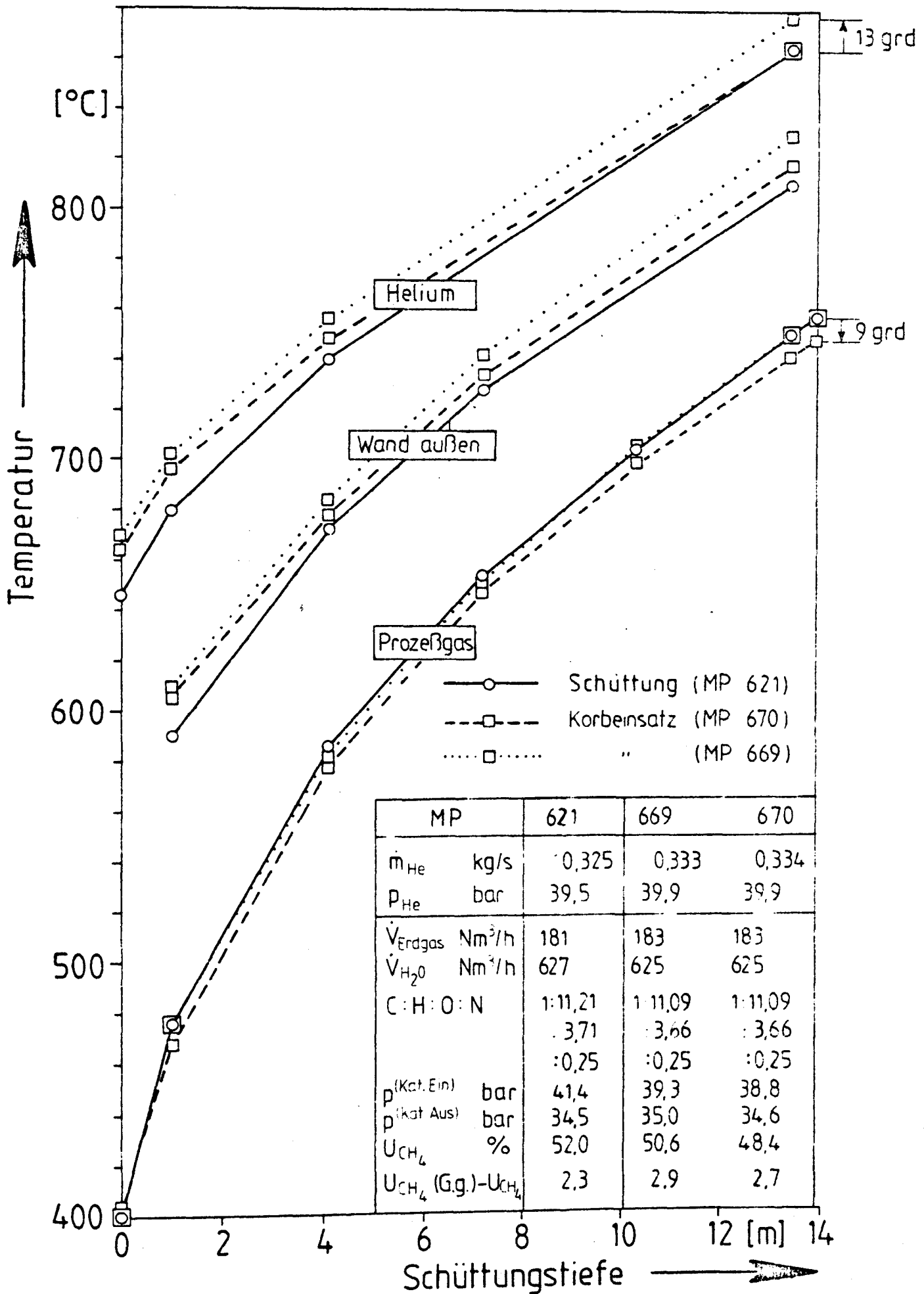


Abb. 3.10: Temperaturprofile

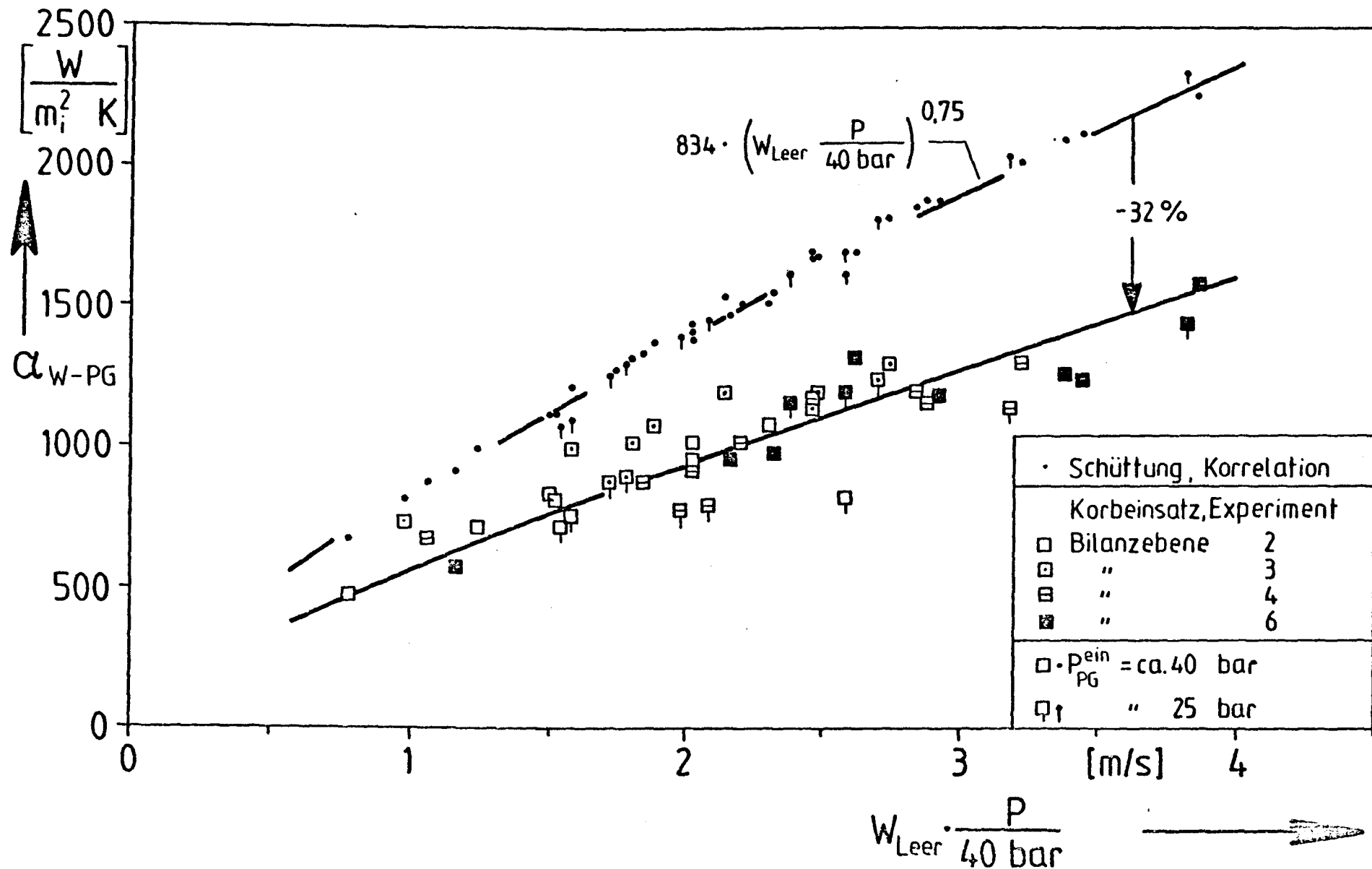


Abb.3.11: Wärmeübergangszahlen Wand - Prozeßgas

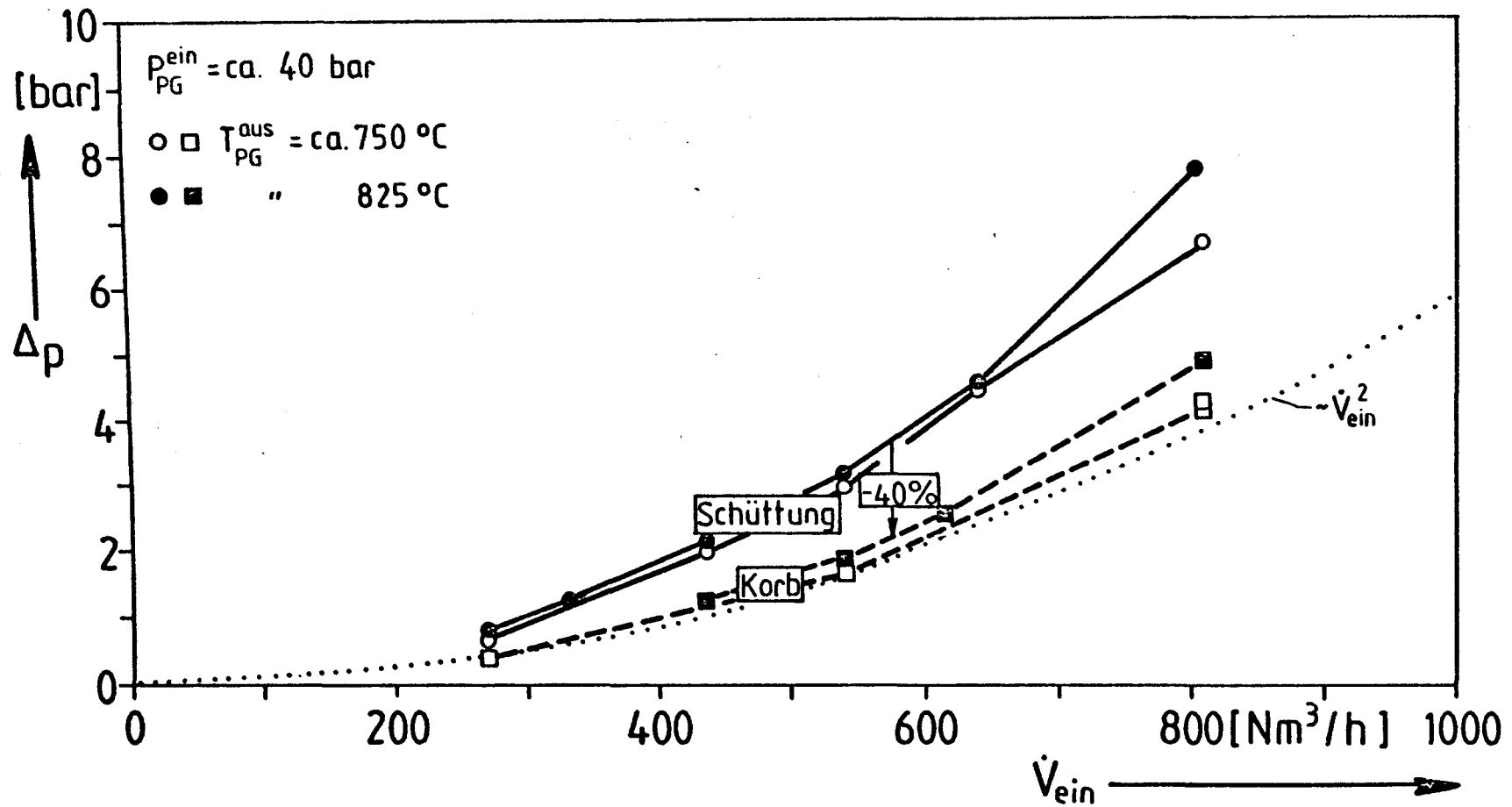


Abb.3.12: Gemessene Druckverluste (Bilanzebene 2-6)

Abb.3.13: Kinetikterm als Funktion der Temperatur und Strömungsgeschwindigkeit

3.1.2 Reformer-Simulationsprogramm

Die Weiterentwicklung des seinerzeit von GE übernommenen Reformer-Simulationsprogramm DSR wurde in guter Zusammenarbeit zwischen KFA und RBW durchgeführt. Es existieren zwei Programmfassungen, zum einen für die Berechnung von Einzelrohren (KFA-Version) und zum anderen für die Berechnung eines Spaltrohrbündels (RBW-Version). Als wesentliche Verbesserungen erwiesen sich

- genauere Berechnung von Stoffwerten und Enthalpien durch Einbau von Unterprogrammen, die bei den EVA/ADAM-Auswerteprogrammen benutzt werden.
- Einbau der an EVA I gefundenen Beziehungen, insbesondere für die Kinetik der CH_4 -Umsetzung.
- Erhebliche Verkürzung der Rechenzeit um nahezu den Faktor 10 (wichtig bei Parameterstudien) durch Einbau eines effektiveren Iterationsverfahrens (Kopplung von Wärmeübergang und Kinetik bei der abschnittswise Berechnung des Prozeßgassystems, ersichtlich aus den Flußplänen in Abb. 3.14 und 3.15). Dies erforderte eine vollständige Umstrukturierung des Hauptprogramms.
- Einsparung von Rechenzeit dadurch, daß bei der iterativen Spaltrohrberechnung zunächst die Unterprogramme für die idealen Stoffwerte aufgerufen und nur bei den letzten Iterationen die rechenintensiveren Unterprogramme zur Berechnung des realen Gasverhaltens aufgerufen werden.

Speziell für die Anwendung bei EVA I wurden im Berichtszeitraum bei der KFA-Version auch die höheren Kohlenwasserstoffe (C_2H_6 bis C_5H_{12}) mit einbezogen. Dazu mußten das Hauptprogramm und zahlreiche Unterprogramme überarbeitet werden. Der Programmname wurde modifiziert zu DSRZ (zehn Komponenten).

Bei der Erstellung des Versuchsprogramms für den geplanten EVA I-Versuch mit dem GHT-Scheibenkatalysator lieferte das Reformerprogramm - obwohl die Rechnungen nur für den Fall einer Schüttung durchgeführt werden konnten - wertvolle Hilfe bei Fragen der Parametervariation unter Berücksichtigung der Anlagengrenzen.

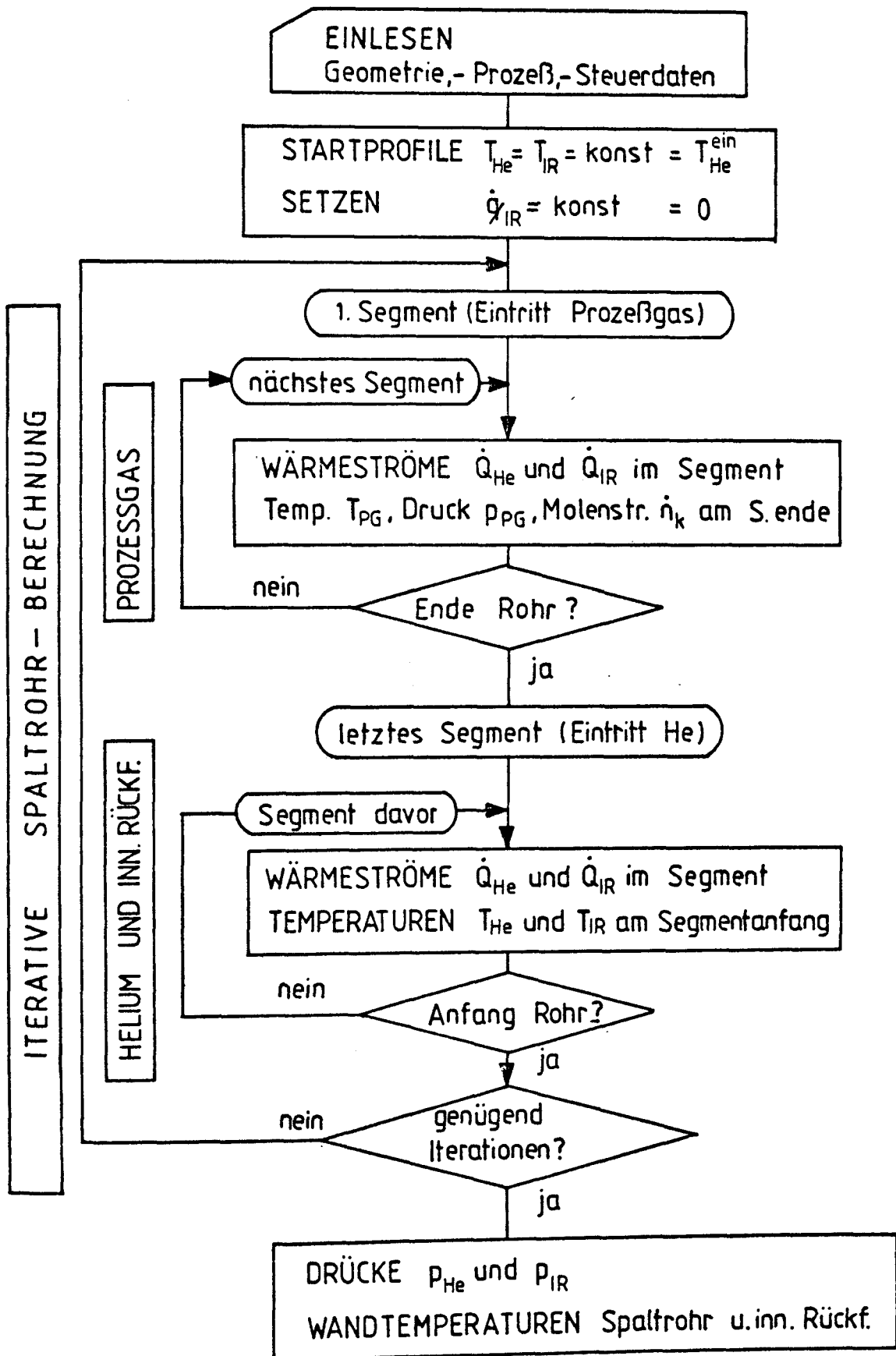


Abb.3.14: Flußplan des Reformer-Simulationsprogramms DSRZ (Feinheitsstufe 1)

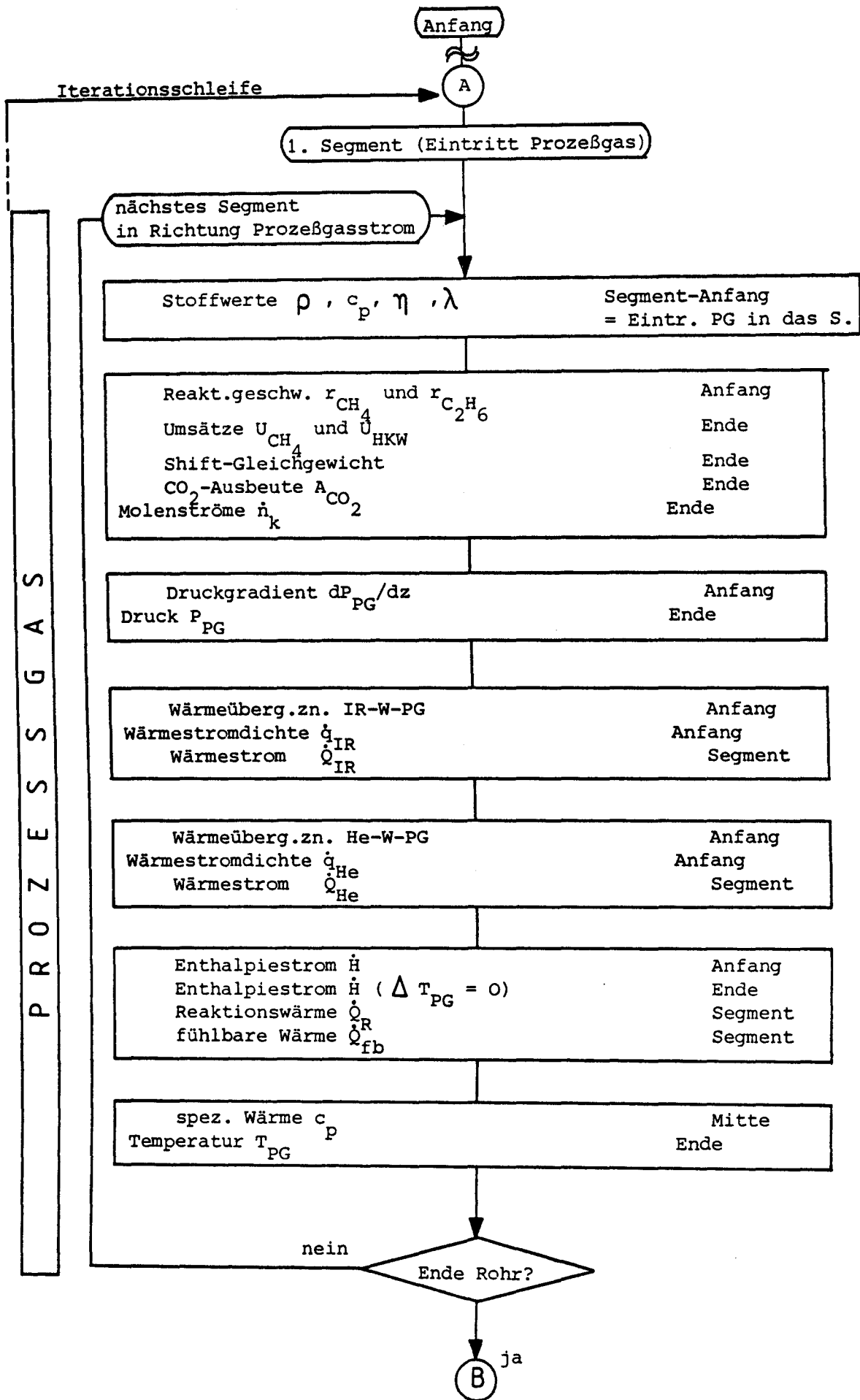
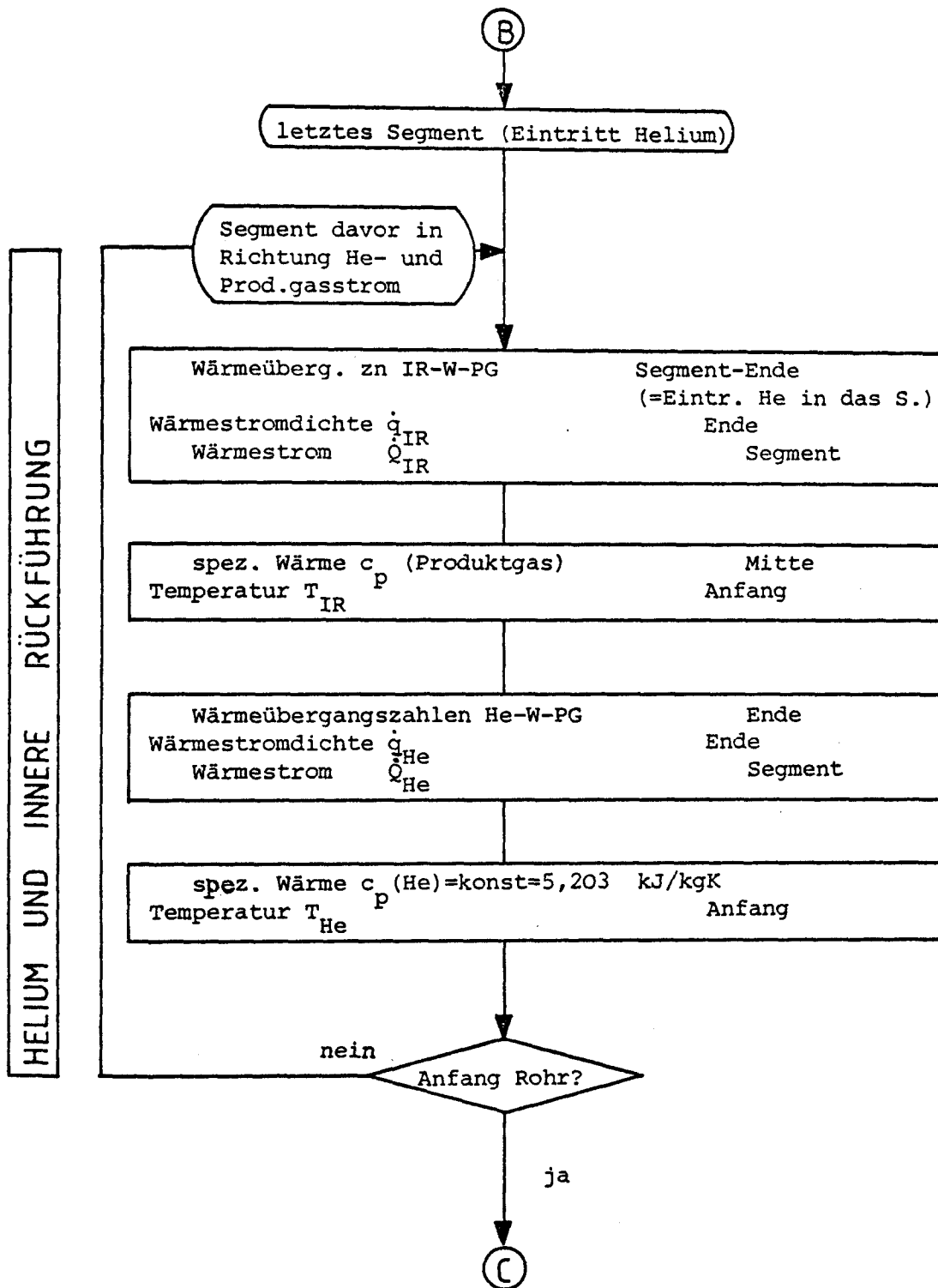
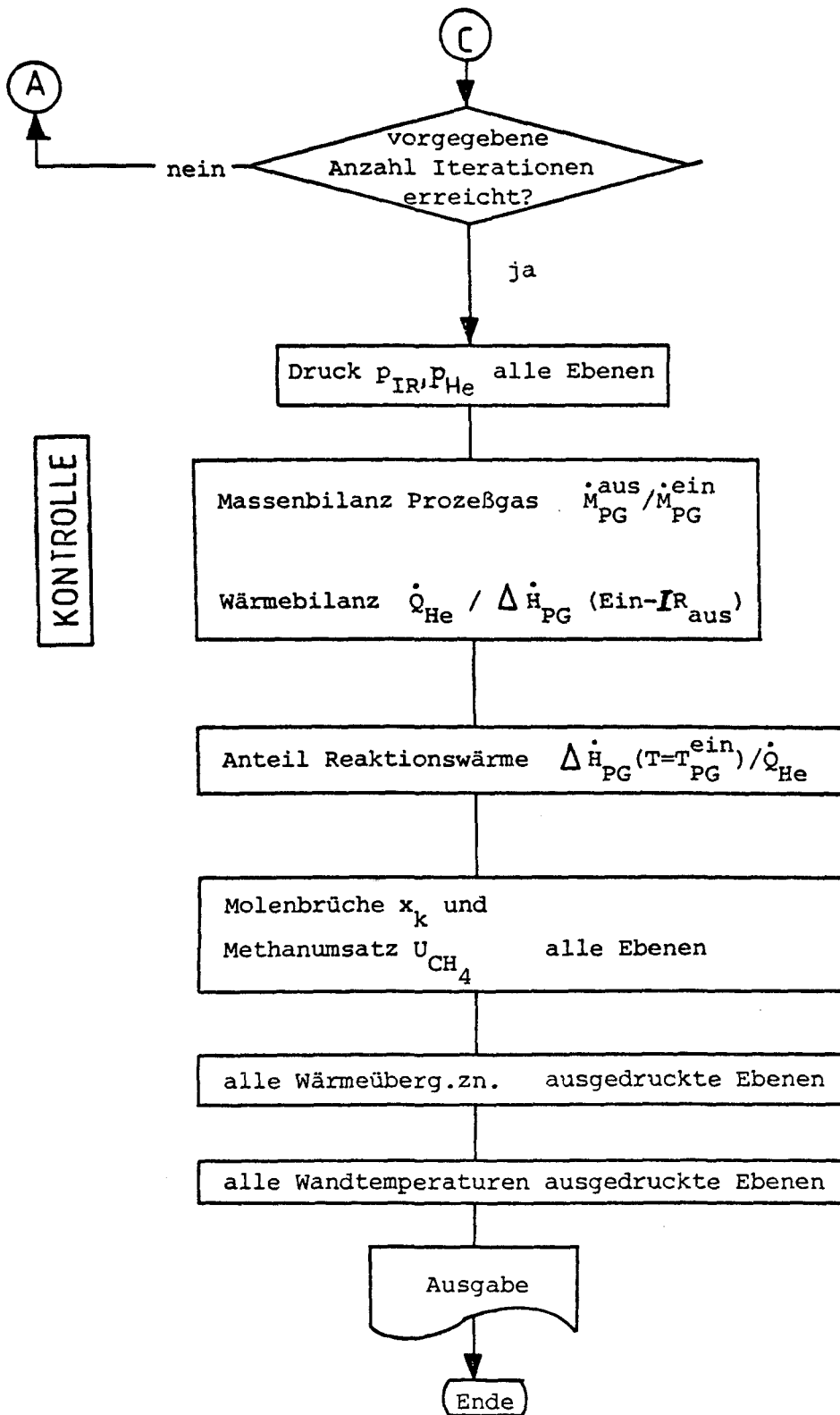


Abb. 3.15: Flußplan des Reformer-Simulationsprogramms DSRZ (Feinheitsstufe 2)





3.2 Methanisierungsanlage ADAM I mit IRMA

3.2.1 Prozeßentwicklung

Der 658-stündige Versuchsbetrieb mit der Pilotanlage IRMA hat bis zum Frühjahr 1982 aufgezeigt, daß bei

- Variation der Synthesegasqualität,
- Variation der Synthesegasbeaufschlagung
- Betrieb mit und ohne Vorkonvertierung,
- Betrieb mit und ohne Wasserdampfeinspeisung,
- Absenken des Synthesegasdruckes,
- Absenken der Synthesegaseintrittstemperatur und
- An- und Abschaltvorgängen

der innengekühlte Reaktor zusammen mit den anderen Prozeßkomponenten gut kontrolliert werden kann. Bis zum Frühjahr 1982 (siehe HJB-NFE 1981/II) konnte das gesteckte Versuchsziel mit Bezug auf den Referenzfall in zwei Punkten nicht zufriedenstellend erfüllt werden. Das Temperaturmaximum des Prozeßgases im Reaktionsrohr war mit über 700 °C zu hoch und es zeigte sich im Bereich des Temperaturanstiegs im Reaktionsbett Rußbildung.

Zur Verwirklichung von maximalen Gastemperaturen im Reaktionsbett bis zu 700 °C (ohne Wasserdampfeinspeisung bzw. Vorkonvertierung) wurde beim 248-stündigen Versuchsbetrieb im Mai 1982 die Katalysatoraktivität auf einer Länge von 3 m zu Beginn des Reaktionsrohres vermindert.

Die nachfolgende Versuchsstrecke betrug nur einen Meter bei gleichem Rohrdurchmesser, so daß bei unvollständigem Umsatz im Reaktionsrohr insbesondere die Kinetik auf der Reaktionsstrecke mit abfallender Temperatur untersucht werden konnte. In beiden Reaktionsrohrabschnitten wurde MCR-2X verwendet, wobei die geometrischen Katalysatorabmessungen in den beiden Rohrab-schnitten unterschiedlich waren. Dieser Versuchsbetrieb wird nachfolgend beschrieben.

Die Wärmekapazität der Anlage betrug im September 1981 ca. 7000 kJ/grad. Sie setzt sich zusammen aus den Massen des Systems multipliziert mit den entsprechenden spezifischen Wärmekapazitäten.

\dot{m}_G	\triangleq Massenstrom des Aufheizgasgemisches	kg/s
cp_G	\triangleq spez. Wärmekapazität des Aufheizgasgemisches	kJ/kg grad
t_{GA}	\triangleq Reaktoreintrittstemperatur des Aufheizgasgemisches	$^{\circ}\text{C}$
$t_{G,mE}$	\triangleq mittlere Gasaustrittstemperatur über die Zeit τ	$^{\circ}\text{C}$

$$t_{G,mE} = t_{GA} - \Delta t_m * \ln A_H \quad (3)$$

$$\Delta t_m = \frac{t_{ME} - t_{MA}}{\ln \frac{t_{GA} - t_{MA}}{t_{GA} - t_{ME}}} * \frac{A_H}{A_H * \ln A_H} \quad (4) \text{ nach G.P. Piperskich}$$

$$A_H = \frac{t_{GA} - t_M}{t_{GE} - t_M} \quad (5)$$

Δt_m	\triangleq mittlere Temperaturdifferenz	$^{\circ}\text{C}$
t_{ME}	\triangleq Temperatur des Systems bei Aufheizende	$^{\circ}\text{C}$
t_{MA}	\triangleq Temperatur des Systems bei Aufheizbeginn	$^{\circ}\text{C}$
t_{GE}	\triangleq Reaktoraustrittstemperatur des Aufheizgases	$^{\circ}\text{C}$
t_M	\triangleq Temperatur des aufzuheizenden Systems (B201)	$^{\circ}\text{C}$

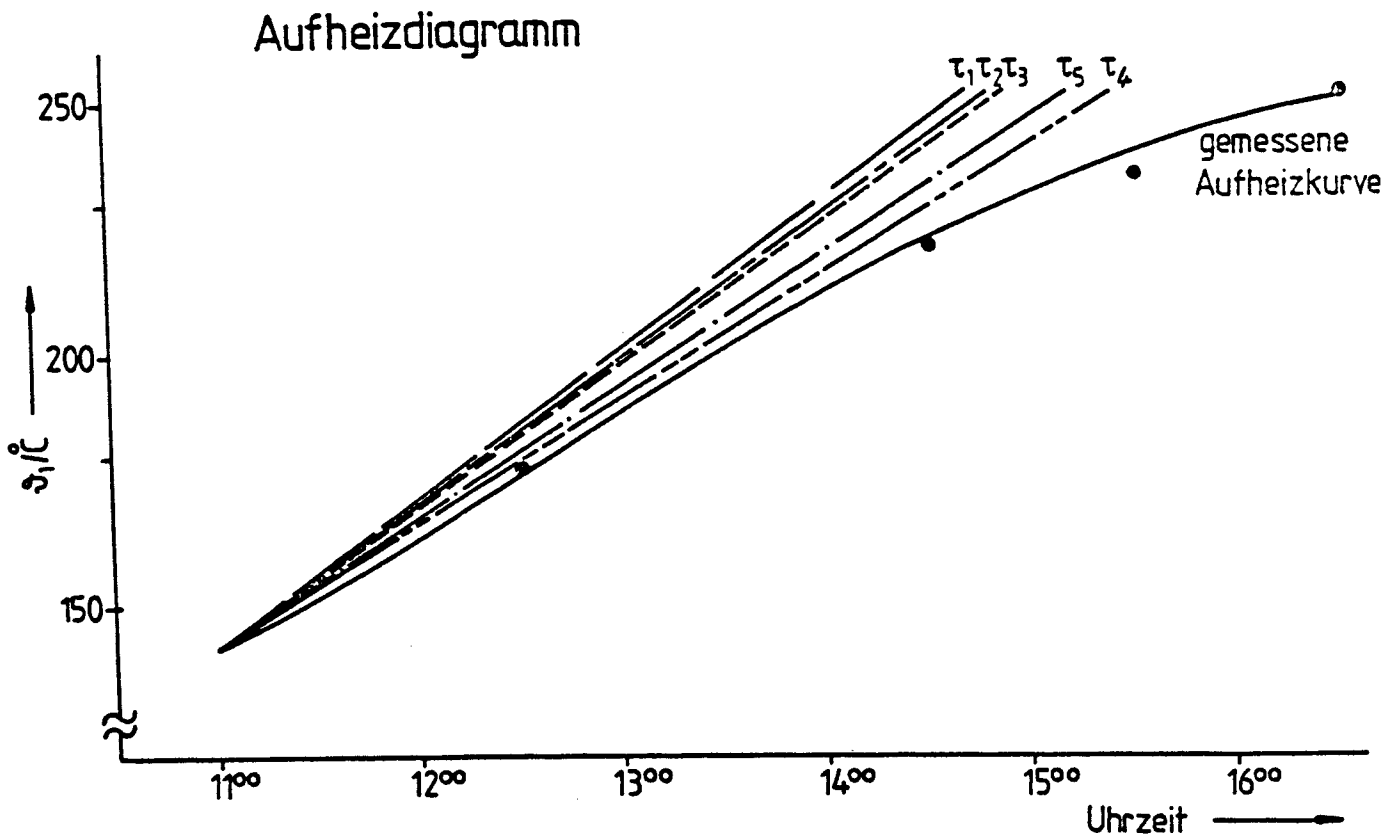
Hieraus ergibt sich eine theoretische Aufheizdauer von

$$\tau = \frac{W}{\dot{m}_G * cp_G} * \ln \frac{t_{GA} - t_{MA}}{t_{ME} - t_{MA}} * \frac{A_H - 1}{A_H * \ln A_H} * \frac{1}{\ln A_H} \quad (6)$$

Die gemessene Aufheizdauer der IRMA von $t_{MA} = 141^{\circ}\text{C}$ um 11.00 h auf $t_{ME} = 251^{\circ}\text{C}$ um 16.30 h (Referenztemperatur in der Trommel B201) betrug 5 h 30 min.

Aus den während des Aufwärmvorganges erfaßten Meßdaten konnten folgende Zeiten errechnet werden:

12.30 h	eine Aufheizdauer von	$\tau_1 = 3 \text{ h } 43 \text{ min}$
13.30 h	" " "	$\tau_2 = 3 \text{ h } 47 \text{ min}$
14.30 h	" " "	$\tau_3 = 3 \text{ h } 51 \text{ min}$
15.30 h	" " "	$\tau_4 = 4 \text{ h } 23 \text{ min}$
16.30 h	" " "	$\tau_5 = 4 \text{ h } 11 \text{ min}$



Das Aufheizdiagramm zeigt, daß mit den benutzten Formeln eine 1. Näherung für die Aufheizdauer derartiger Systeme bei entsprechenden Voraussetzungen (Wärmekapazität, etc.) berechenbar ist.

Unbekannt bei diesen Rechnungen ist jedoch der Anteil an Wärmeverlusten.

Dampfseitige Vorwärmung der IRMA

Im Versuchsbetrieb Jan./Feb. 1982 wurde die Anlage so hoch wie möglich durch Einspeisung von Dampf in die Dampftrommel B201 erwärmt. Die höchste Temperatur des einzuspeisenden Dampfes wurde vom Dampferzeuger E106 mit $p_{\max} = 35 \text{ bar} \hat{=} 242 \text{ }^{\circ}\text{C}$ vorgegeben. Die in das System einzubringende Wärme wurde vom Dampferzeuger über eine Hilfsleitung in die Trommel B201 geleitet. Bei ca. $180 \text{ }^{\circ}\text{C}$ wurde die dampfseitige Aufwärmung der Anlage beendet, als durch Zuspeisung des max. Dampfstroms von 150 kg/h die Aufheizgeschwindigkeit deutlich abfiel.

Die für die Anfahrbedingungen mit Synthesegas erforderliche Reaktionsbetttemperatur wurde durch Einspeisung von vorgeheiztem Gasgemisch entsprechend dem Probetrieb Sept. 1981 eingestellt. Die Wärmekapazität der Anlage be-

trug zu Beginn des Aufwärmvorganges 5157 kJ/grad und vergrößerte sich durch den einzuspeisenden Dampf laufend. Als Referenztemperatur für den Aufheizfortschritt wurde die Temperatur im Kühlwasseraustrittsstutzen (\checkmark_2) benutzt. Die dampfseitige Aufwärmung konnte wie folgt rechnerisch nachvollzogen werden.

$$\dot{Q} = \frac{m_A \cdot c_{pA} \cdot \Delta \checkmark_1}{\tau} \quad (7) \quad \text{wobei} \quad \dot{Q} = \dot{m}_D \cdot r \quad (8)$$

\dot{Q} = einzubringender Wärmestrom kJ/s
 $\dot{m}_A \cdot c_{pA}$ = Wärmekapazität der Anlage kJ/grad
 $\Delta \checkmark_1$ = aufzuheizende Temperaturdifferenz °C
 τ = Aufheizintervall s
 \dot{m}_D = Massenstrom des Aufheizdampfes kg/s
 r = Verdampfungswärme kJ/kg

Hieraus ergibt sich für die theoretische Temperaturerhöhung

$$\Delta \checkmark_1 = \frac{\dot{Q} \cdot \tau}{m_A \cdot c_{pA}} \quad (9)$$

Gegenüberstellung der gemessenen mit errechneten Temperaturerhöhungen in °C (siehe auch Bild 3.16)

Aufheizintervall	mittl. Wärmestrom (kJ/s)	errechnet	gemessen
9.00 - 9.30	22.5	7.8	9
9.30 - 10.00	22.4	7.7	4
10.00 - 10.35	44.8	17.4	17
10.35 - 11.00	44.5	12.1	11
11.00 - 11.30	61.2	19.3	13
11.30 - 12.05	89.3	31.3	28
12.05 - 12.30	86.3	20.5	18
12.30 - 12.45	84.6	11.7	6

Durch Umstellen von Gleichung (9)

$$\tau = m_A \cdot c_{pA} \cdot \Delta \checkmark_1 / \dot{Q}$$

ergibt sich, bei Einsetzen der gemessenen Temperaturdifferenzen, eine theoretische Aufheizdauer. Die Addition der für die gemessene Temperaturerhöhung errechneten Zeit ergab für die Vorwärmung des Systems von 71 °C auf 178 °C eine Aufwärmdauer von 3h 23min gegenüber der gemessenen Zeit von 3h 45 min.

Dampfseitiges Aufwärmen der IRMA am 21.1.82

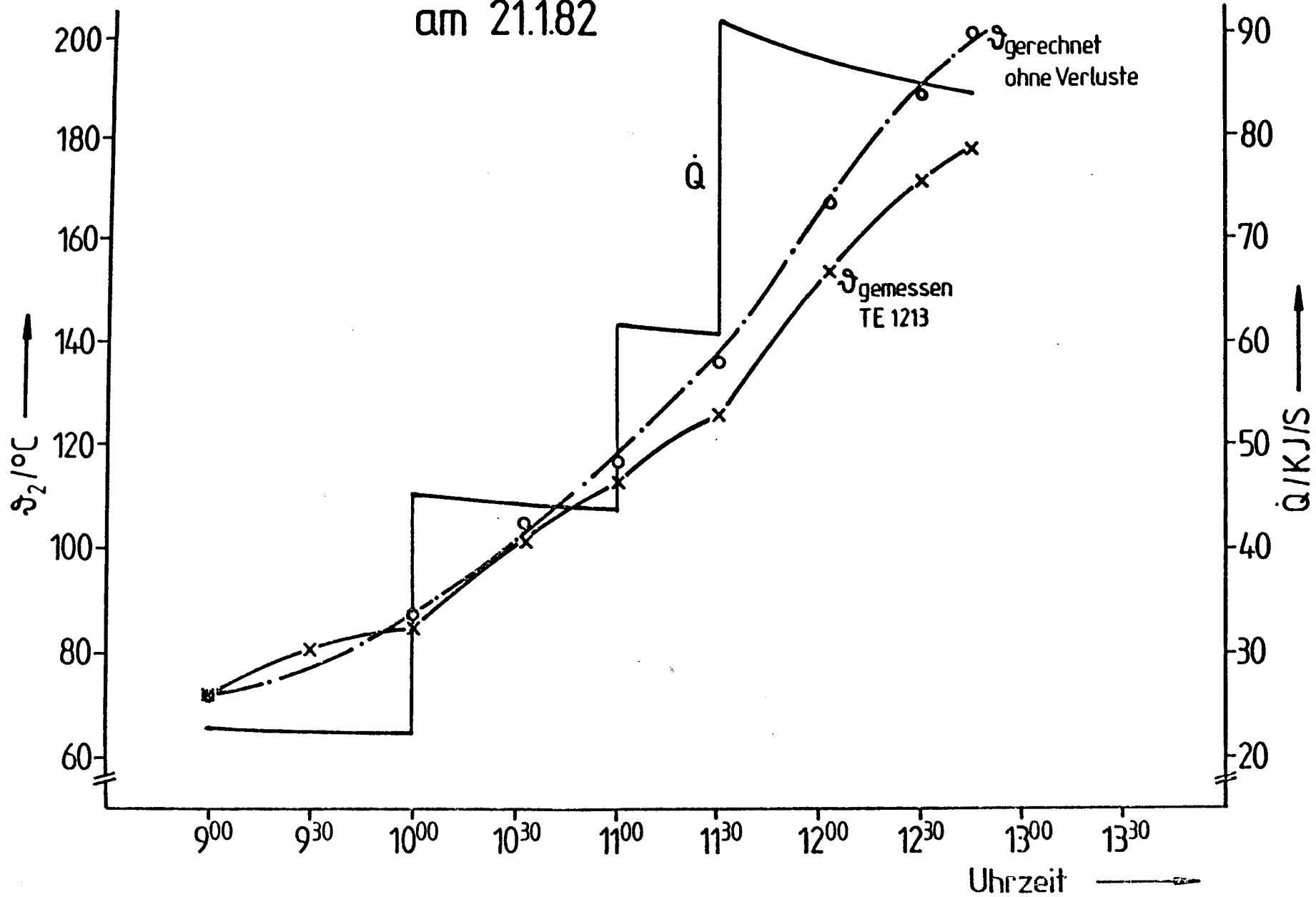


Bild 3.16:

3.2.3 IRMA-Betrieb Mai 1982

Versuchsaufbau der IRMA im Mai 1982

In diesem 3. IRMA-Versuchslauf wurden nur 2 der 5 vorhandenen Reaktionsrohre des Reaktors R201 mit Katalysator gefüllt, die restlichen 3 Rohre wurden ohne Füllung abgedichtet. Hiermit war gewährleistet, daß nur die beiden mit Katalysator gefüllten Reaktionsrohre mit Synthesegas durchströmt werden. Die Katalysatorfüllung wurde in zwei Zonen unterteilt:

1. Zone: 0 - 3 m Katalysatorbett, 8,0 mm MCR-2X Pellets,
2. Zone: 3 - 4 m " , 4,3 mm MCR-2X Pellets.

Die vordere Katalysatorzone mit den 8 mm Pellets wurde mit dem Ziel eingesetzt, die Temperaturbelastung im Hot-Spot-Bereich zu vermindern sowie den Druckverlust deutlich herabzusetzen.

Meßpunktübersicht (siehe Tabelle 3.3)

Der IRMA-Versuchsbetrieb Mai 1982 beinhaltete eine Variation

- des Eintrittsvolumenstromes zwischen 115 und 598 m³(i.N.)/h
- der Synthesegasqualität (H₂O/CH₄ von 3/1 und 4/1)
- der Reaktoreintrittstemperatur von 300 °C und 260 °C.

Die höchste Temperaturbelastung des Katalysators gab es bei MP 705 mit einer Eintrittsvolumenstrombelastung von 115 m³(i.N.)/h, einer Reaktoreintrittstemperatur von 300 °C und einem CH₄-Gehalt im Synthesegas von 11,7 Mol %. Hier stand der adiabaten Grenztemperatur von 774 °C eine max. Katalysatorbettemperatur in 0,2 m Bettiefe von 724 °C gegenüber. Im MP 707 wurde die max. Temperatur bei einem Gaseintritt von 585 m³(i.N.)/h und sonst gleichen Bedingungen wie MP 705 mit 523 °C in 2,0 m Tiefe aufgenommen. Die adiabate Grenztemperatur betrug hier 763 °C. Die gemessene Höchsttemperatur von MP 720 lag bei einer Eintrittstemperatur von 300 °C, einem Synthesegasstrom von 264 m³(i.N.)/h und einer energiereicheren Gaszusammensetzung (CH₄-Gehalt = 5,25 Mol %) mit 709 °C bei 0,2 m deutlich unterhalb der errechneten Idealttemperatur von 811 °C. Die Hot Spot Temperatur wurde durch Absenken der Reaktoreintrittstemperatur nicht in gleicher Größe erniedrigt.

In diesem Versuchsbetrieb konnte demonstriert werden, daß durch Variation des Verhältnisses von Katalysator- zu Reaktionsrohrdurchmesser, hier bei festgelegtem Rohrdurchmesser Vergrößerung der Pellets, eine Einflußnahme auf die Hot Spot Temperatur möglich ist (siehe im Vergleich hierzu HJB-NFE 81/II).

Tabelle 3.3:

Versuchsbetrieb IRMA Mai 1982

Datum	MP	Synthesegas	CH ₄	CO	CO ₂	H ₂	N ₂	T _{ein} /T _{max}	T _{3M}	T _{4M}
	Nr.	m ³ (i.N.)/h	%	%	%	%	%	°C	°C	°C
3.5./4.5.	Anfahren und Aufwärmen									
5.5.	702	388	11.50	9.35	9.98	65.24	3.94	302/651	351	340
5.5.	703	364	11.70	9.33	10.02	65.07	3.87	301/653	350	341
5.5.	704	253	11.46	9.34	9.97	65.45	3.78	298/669	339	334
6.5.	705	115	11.94	9.24	9.91	65.18	3.72	297/724	326	319
7.5.	706	466	11.59	10.35	9.28	65.00	3.78	300/560	396	369
7.5.	707	585	11.62	10.52	9.10	64.92	3.84	301/523	440	396
8.5.	710	388	11.55	10.50	9.13	65.16	3.66	260/593	370	365
8.5.	711	580	11.52	9.58	9.06	65.96	3.89	262/516	453	417
9.5.	712	368	11.71	10.59	9.02	64.92	3.76	301/616	357	361
9.5.	713	264	11.63	10.64	8.92	65.13	3.68	260/640	344	349
10.5.	714	377	5.24	10.62	10.43	70.50	3.20	261/653	364	366
10.5.	715	367	5.28	10.62	10.37	70.40	3.32	302/658	357	367
10.5.	716	572	5.46	10.61	10.25	70.45	3.25	259/563	452	418
11.5.	717	598	5.42	10.54	10.22	70.49	3.33	301/598	425	415
11.5.	718	589	5.39	10.69	10.33	70.31	3.29	301/589	424	414
11.5.	720	264	5.25	10.80	10.19	70.56	3.20	299/709	343	352
11.5.	721	262	4.97	10.94	10.10	70.82	3.17	260/688	346	354
12.5.	722	365	11.22	10.88	8.83	65.32	3.75	300/584	366	375
12.5.	723	367	11.18	10.94	8.88	65.27	3.74	300/580	367	375
12.5.	724	368	10.76	10.78	8.81	65.34	4.30	301/581	367	376
12.5.	Abfahren									
13.5.	Passivieren									

Betriebszeit mit Synthesegas: 191 h (insgesamt 659 h)

Gesamtbetriebszeit: 248 h (insgesamt 906 h)

Referenzfallbetrachtung

Der MP 722 (s. Bild 3.17) zeigt mit einer gemessenen Hot Spot Temperatur von 584 °C einen deutlichen Abstand zur adiabaten Temperatur von 780 °C. Die beiden Temperaturverläufe werden auf eine unterschiedliche Durchströmung der Reaktionsrohre zurückgeführt. Hinter der ersten Katalysatorzone (8 mm Pellets) betrug der analysierte Methangehalt 37.85 Mol % bei einer gemessenen Gastemperatur von 366 °C. Zu dieser Temperatur ergibt sich ein rechnerischer Gleichgewichtsmethangehalt von 47.38 Mol %. Über der zweiten Katalysatorzone (4,3 mm Pellets) kommt es zu einer nochmaligen Temperaturerhöhung von 366 °C auf 391 °C. Nach diesem Katalysatorabschnitt wurde ein Methangehalt im Produktgas von 43,46 Mol % bei einer Temperatur von 375 °C aufgenommen. Dieser Austrittstemperatur entspricht ein Methangehalt von 47.22 Mol % bei Gleichgewichtszusammensetzung.

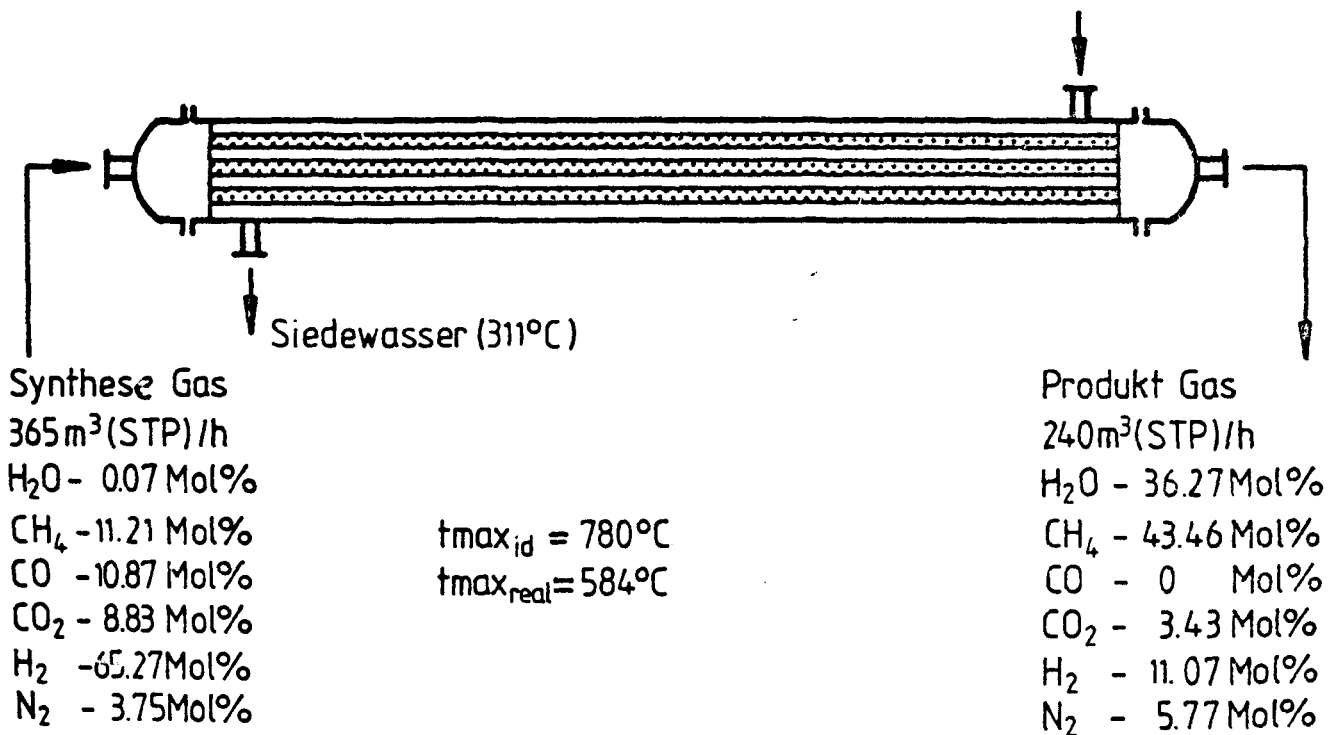
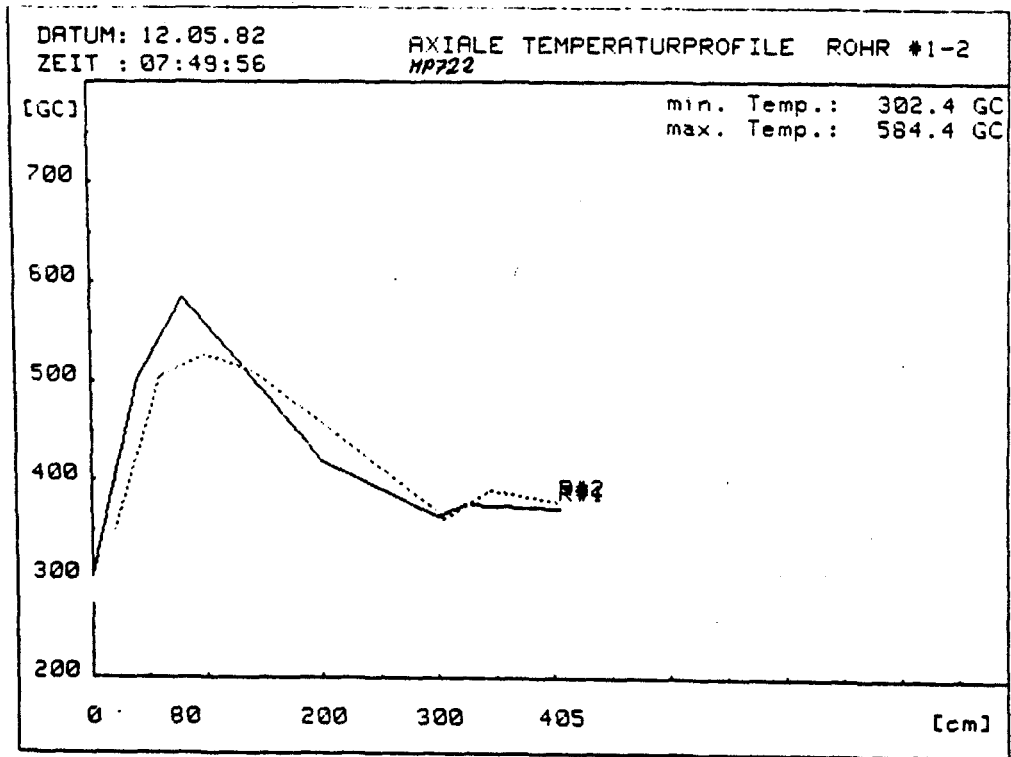
Anhand der zu Versuchsbeginn, Versuchsmitte und Ende des Versuches aufgenommenen Meßpunkte 703, 712 und 722 konnte eine Aktivitätsabnahme bei gleicher Parametereinstellung und Synthesegasqualität festgestellt werden (siehe Tabelle).

Tabelle

MP	T _{max real} °C	nach 3 m Schüttung			nach 4 m Schüttung		
		CH ₄ aus Mol %	Δ p bar	T _{Aus} °C	CH ₄ aus Mol %	Δ p bar	T _{aus} °C
703	653	42.12	1.22	350	44.46	1.41	341
712	616	39.60	1.34	357	43.94	1.49	361
722	584	37.85	1.54	366	43.46	1.55	375

Die Aktivitätsabnahme wurde vom Katalysatorhersteller als normales Abklingen der Anfangsaktivität bei frischem MCR-2X bezeichnet.

Bild 3.17: Meßpunkt 722



3.2.4 Rechenprogramm META

IRMA Versuchsbetrieb - Mai 1982

Programm- und Anlagenzustand bei den Vergleichsrechnungen

Bei allen Vergleichsrechnungen wurde einheitlich mit dem META-Programmstand vom 17.5.1982 gearbeitet. Der Typefactor betrug $TF = 0,6$ bei Verwendung von Pellets mit $d = 4,3 \text{ mm}$. Laut Satterfield gilt im Bereich kleiner Porennutzungsgrade für verschiedene Katalysatorgrößen:

$$\frac{d_1}{TF_2} = \frac{d_2}{TF_1}$$

Dementsprechend wurde bei der Verwendung von 8 mm Pellets in den Simulationsrechnungen der Typefactor 0,3 eingesetzt.

Für den Rohrabschnitt mit 4,3 mm Pellets wurde eine Schüttdichte von 1680 kg/m^3 verwendet. Die Schüttdichte für den mit 8 mm Pellets gefüllten Rohrabschnitt ist nicht exakt ermittelt worden. Eine nach dem Versuchsbetrieb durchgeführte Messung ließ zumindest eine grobe Abschätzung der Schüttdichte mit ca. 1300 kg/m^3 zu.

Beide in IRMA verwendeten Katalysatorchargen waren ungebraucht. Die kinetischen Ansätze sind an einem Katalysator entwickelt worden, der bereits ca. 600 h im ersten Reaktor von ADAM I gelaufen war.

Vergleichsrechnungen zum Referenzpunkt (MP 703, MP 712, MP 722)

Jeweils zu Beginn, während und am Ende des Versuchslaufes wurde ein Referenzpunkt mit $364\text{-}368 \text{ Nm}^3/\text{h}$ Durchsatz, 300°C Reaktoreintrittstemperatur und einem EVA-Standardgas bei einem $\text{H}_2\text{O} : \text{CH}_4$ -Verhältnis von ca. 3 : 1 als Meßpunkt genommen.

Die Eingangsdaten dieser drei Meßpunkte stimmen gut überein, so daß nur eine META-Rechnung zur Simulation des ersten Rohrabschnittes erforderlich war.

Die Vergleiche zwischen Messungen und Rechnung zeigen, daß bei MP 703 (Bild 3.18) die reale Reaktionsgeschwindigkeit höher ist als die berechnete. Jedoch nähern sich die Reaktionsraten mit zunehmender Alterung des Katalysators einander an. Meßpunkt 722 (Bild 3.19) zeigt nur noch sehr kleine Abweichungen zwischen Experiment und Simulation im ersten Abschnitt.

Die Nachrechnung des zweiten Abschnittes erfolgte unter Verwendung der realen Gasqualitäten, Temperaturen und Drücke nach 3 m Katalysatorschüttung.

In jedem Fall waren die errechneten Reaktionsraten geringer als die gemessenen. Es konnte keine merkliche Katalysatoralterung in diesem Abschnitt festgestellt werden, jedoch sind die Vergleiche zwischen Meßpunkten zu Beginn und am Ende des Betriebes schwierig, da der vordere Abschnitt sein Verhalten in der Zeit veränderte.

Vergleichsrechnungen verschiedener Meßpunkte

- Katalysatorzone (8 mm Pellets - MCR 2X)

Unter Verwendung eines EVA-Gases, erzeugt bei einem Dampf/Methan-Verhältnis von 3:1, wurden die Eintrittsgasmengen in IRMA zwischen $115 \text{ Nm}^3/\text{h}$ und $600 \text{ Nm}^3/\text{h}$ variiert.

Im Bereich niedriger Gasbelastung (MP 705, Bild 3.20) entspricht der Vergleich zwischen den gemessenen Daten und der Modellrechnung den bei den Referenzpunkten gemachten Beobachtungen. Dies bedeutet insbesondere, daß die gemessenen Reaktionsraten höher sind und das Temperaturprofil steiler verläuft als in der Rechnung.

Bei hohen Gasgeschwindigkeit (MP 706, MP 707, Bild 3.21) ist der gemessene Umsatz weiterhin höher als der rechnerisch zu erwartende, jedoch ist das Temperaturmaximum gegenüber der Rechnung nach hinten verschoben. Auffällig ist dabei ein Aktivitätsabfall im Bereich von 0,8-1,2 m.

- Katalysatorzone (4,3 mm-Pellets - MCR-2X)

Wie bereits bei der Diskussion des Referenzpunktes erläutert wurde, zeigen alle Simulationen der zweiten Katalysatorzone eine niedrigere Katalysator-

aktivität auf, als die entsprechenden Analysenwerte und Temperaturprofile der Meßpunkte dies tun.

Die wird umso deutlicher, je geringer der Abstand vom Gleichgewicht bei Eintritt in diese zweite Zone bereits ist.

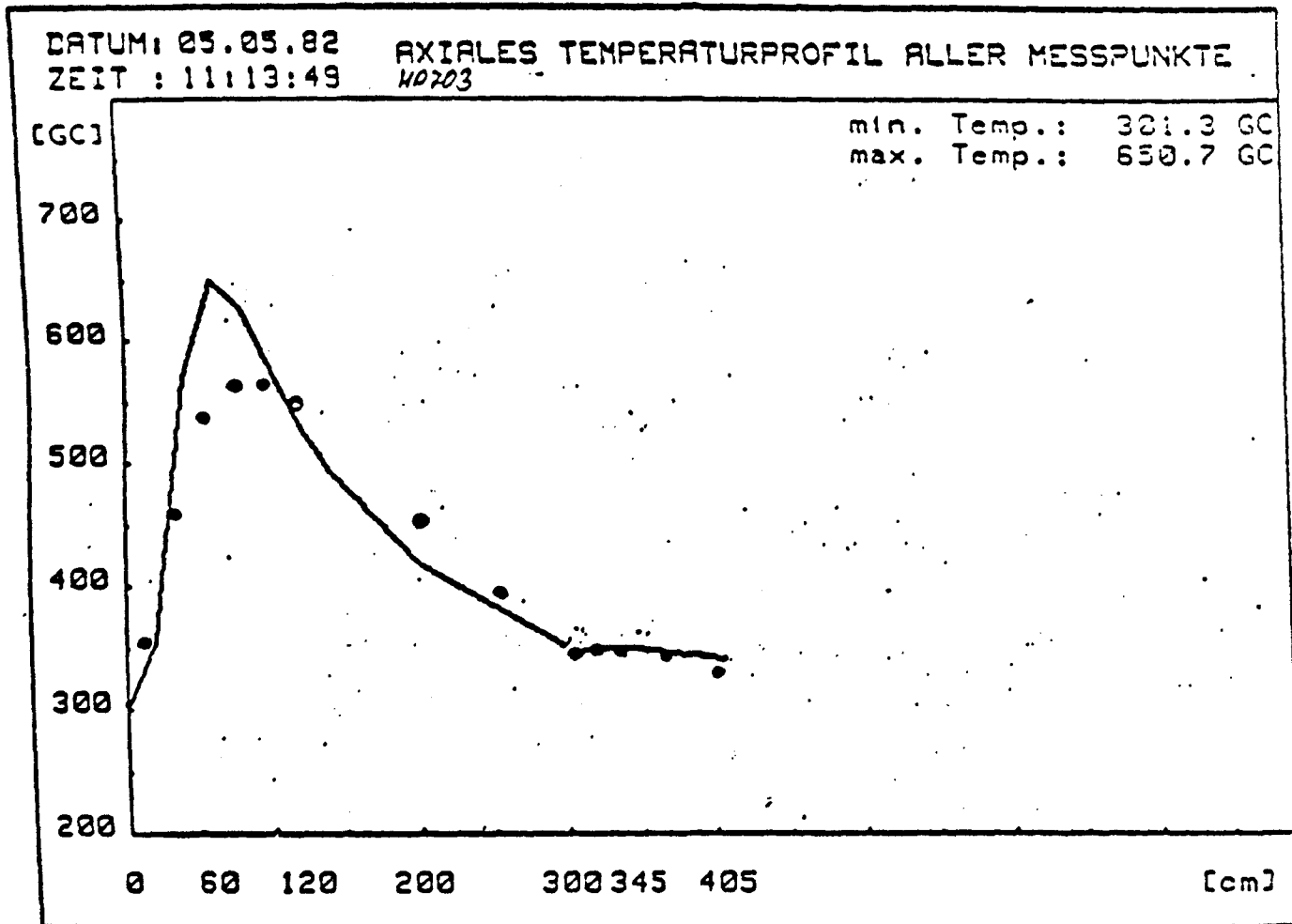
Als Beispiel sei der Meßpunkt 705 angeführt:

	Eintrittsgaszusammensetzung 2. Zone	Austritt (gemessen)	Austritt (META)
H ₂ O	40.87	42.77	41.49
CH ₄	46.01	47.30	46.43
CO	0.00	0.00	0.00
CO ₂	2.07	1.36	1.86
H ₂	5.04	2.49	4.18
N ₂	6.01	6.07	6.04

Anzumerken ist, daß das Alterungsverhalten des frischen Katalysators im zweiten Abschnitt nicht bekannt ist. Somit ist es schwierig zu klären, ob die reaktionskinetischen Daten fehlerhaft sind oder ob ein Einfahrprozeß, den der bisher verwendete Katalysator zuvor im ersten Reaktor von ADAM I bei Temperaturen um 650 °C durchlief, unter den weitaus milderen Bedingungen auf dem abfallenden Temperaturast der IRMA ($T \leq 400$ °C, kein CO) zu einer höheren, dauerhaften Aktivität führt.

Bild 3.18: Vergleich zwischen Meßpunkt 703 und META-Simulationsrechnung

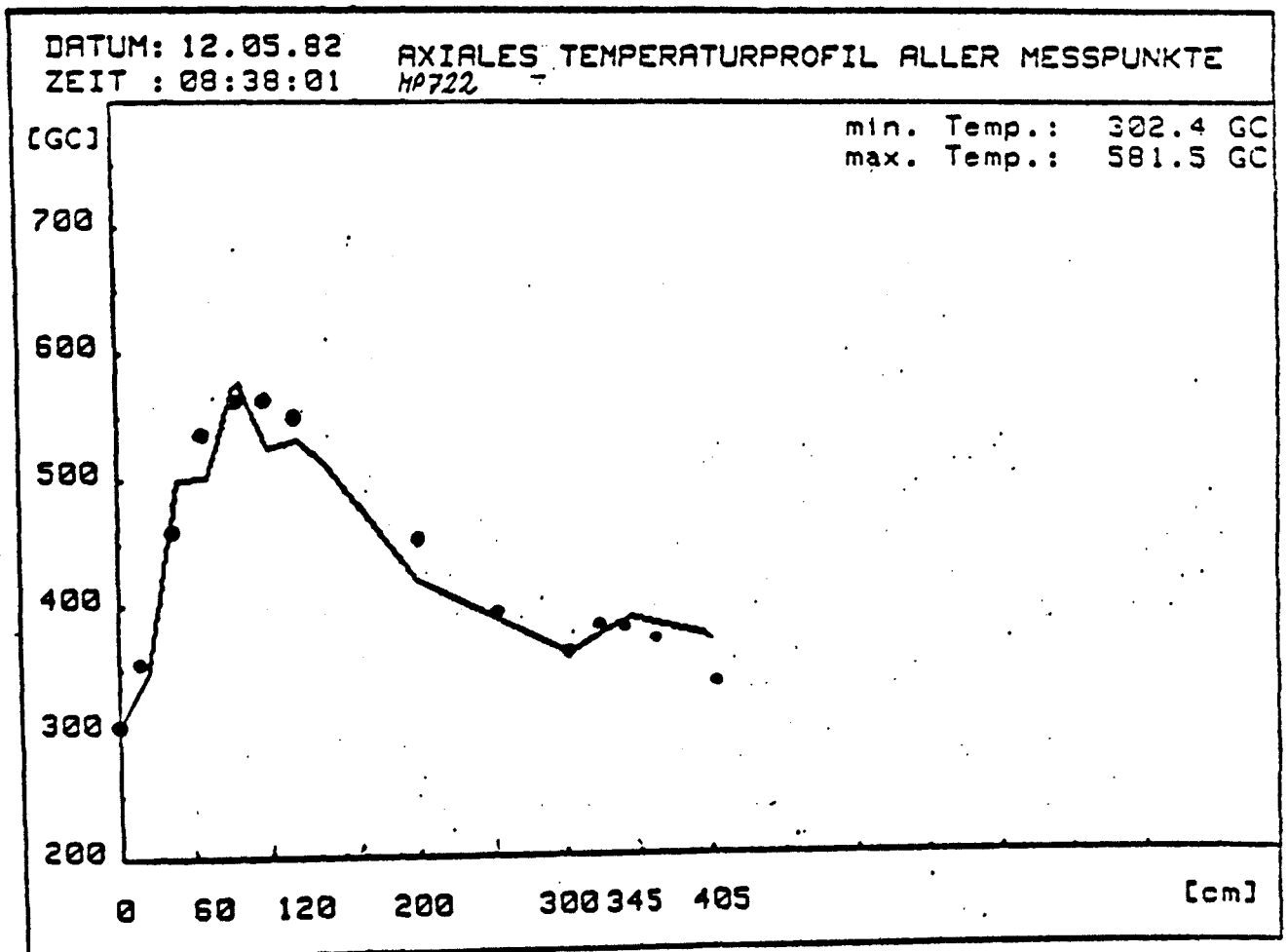
-MP 703
05.5.82 11:13



Programmstand: 17.5.1982
Schüttdichte der 8 mm Pellet-Schüttung 1300 kg/m³
Analysen:

	Eintritt	3m(gemessen)	3m(gerechnet)	Austritt(gemessen)	Austritt(gerechnet)
H ₂ O	0.06	35.63	27.65	39.02	36.50
CH ₄	11.69	42.13	36.73	44.46	42.75
CO	9.33	0.05	0.10	0.00	0.01
CO ₂	10.02	3.70	6.81	2.58	3.43
H ₂	65.03	12.80	23.27	8.08	11.58
N ₂	3.87	5.69	5.44	5.85	5.73

Bild 3.19: Vergleich zwischen Meßpunkt 722 und META-Simulationsrechnung

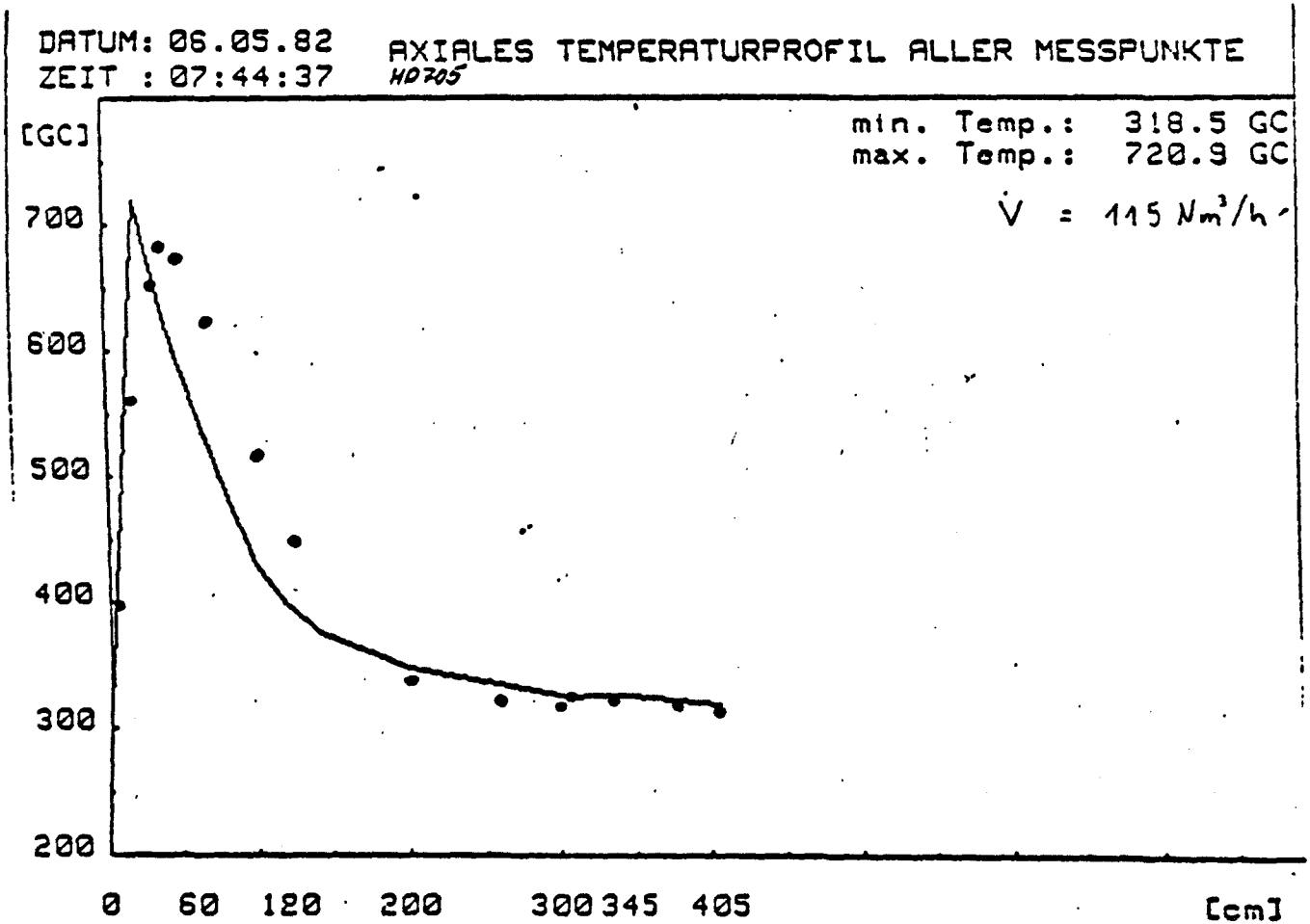


Programmstand: 17.5.1982
Schüttdichte der 8 mm Pellet-Schüttung 1300 kg/m³

Analysen:

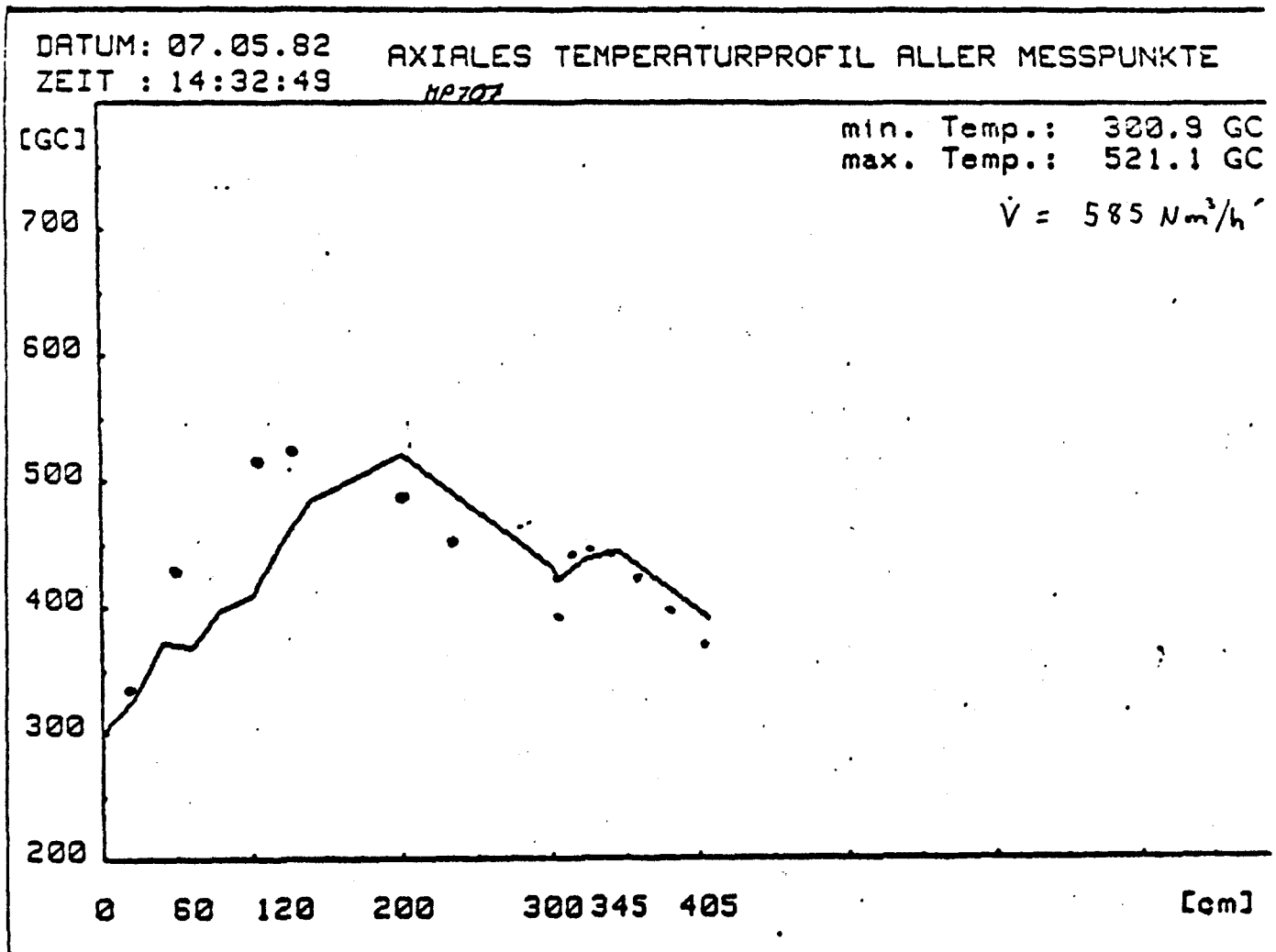
	Eintritt	3m(gemessen)	3m(gerechnet)	Austritt(gemessen)	Austritt(gerechnet)
H ₂ O	0.07	28.70	27.65	36.27	32.13
CH ₄	10.87	37.85	36.73	43.46	40.62
CO	10.87	0.64	0.10	0.00	0.03
CO ₂	8.87	5.74	6.81	3.43	4.98
H ₂	65.27	21.66	23.27	11.07	16.67
N ₂	3.75	5.41	5.44	5.77	5.58

Bild 3.20: Vergleich zwischen Meßpunkt 705 und META-Simulationsrechnung



	Eintritt	3m(gemessen)	3m(META)	Austritt(gemessen)	Austritt(META)
H ₂ O	0.06	40.87	35.92	42.77	41.49
CH ₄	11.94	46.01	42.68	47.30	46.43
CO	9.23	0.00	0.01	0.00	0.00
CO ₂	9.91	2.07	3.81	1.36	1.86
H ₂	65.15	5.04	12.01	2.49	4.18
N ₂	3.72	6.01	5.57	6.07	6.04

Bild 3.21: Vergleich zwischen Meßpunkt 707 und META-Simulationsrechnung



	Eintritt	3m(gemessen)	3m(META)	Austritt(gemessen)	Austritt(META)
H ₂ O	0.06	27.32	21.86	35.32	32.17
CH ₄	11.61	36.83	33.49	43.04	40.88
CO	10.52	1.08	0.52	0.00	0.04
CO ₂	9.10	5.88	8.31	3.71	4.91
H ₂	64.88	23.56	30.62	12.20	16.41
N ₂	3.84	5.34	5.20	5.73	5.59

3.2.5 Planung 1982/83

Mit dem Versuchsbetrieb im Mai 1982 konnte gezeigt werden, daß unter Verwendung des Katalysators MCR-2X bei verminderter Katalysatoraktivität pro Schüttungsvolumen in der 1. Katalysatorzone für den Referenzfall (11 % CH₄) und einer Rohrbeaufschlagung von mehr als etwa 100 m³(i.N.)/h das Temperaturmaximum im Rohr von 700 °C nicht überschritten wird. Bei einer oberen Rohrbelastung von etwa 300 m³(i.N.)/h beträgt das Temperaturmaximum im Rohr etwa 500 °C. Bei einem hochwertigeren Gas (5 % CH₄) sind mehr als etwa 130 m³(i.N.)/h notwendig, um eine max. Temperatur von 700 °C im Rohr nicht zu überschreiten. Damit ist eine technische Lösung gefunden, das Temperaturmaximum im Katalysatorbett zu beherrschen.

Leider wurde auch nach dem Mai-Betrieb ein erhöhter Kohlenstoffgehalt im Bereich der Reaktionszone nachgewiesen.

Bei dem für den Herbst 1982 geplanten IRMA-Experiment soll durch geringfügige Vorkonvertierung (Zugabe von max. 5 Vol. % H₂O) der CO-Partialdruck vor der Methanisierungsstrecke abgesenkt werden, um die Rußbildung im ersten Rohrabschnitt (3 m) zu vermeiden. Gleichzeitig soll durch Erweiterung des Rohrdurchmessers im 2. Rohrabschnitt die Gleichgewichtseinstellung bei minimalem Druckverlust erfolgen.

Mit den Erkenntnissen aus den Pilotversuchen mit der dreistufigen Methanisierungsanlage ADAM I und der einstufigen Methanisierungsanlage IRMA wurde die Planung für einen kombinierten Betrieb von einem adiabaten Reaktor und zwei innengekühlten Reaktoren entsprechend dem Patent von Boltendahl, Höhleln und Vorwerk begonnen. Ein solcher Betrieb mit dem Vorteil der Hochtemperaturmethanisierung ohne Einsatz eines Kompressors für die Produktgasrückführung soll 1983 im IRB erfolgen.

4. Zu Programmpunkt 3.5/6

Vorplanung, Bau und Betrieb einer großen Spaltrohranlage EVA II sowie einer dazu passenden Methanisierungsanlage ADAM II

4.1 Änderungs- und Wartungsarbeiten;

Aufnahme des Versuchsbetriebes von EVA II/ADAM II

Nach Abschluß des Erprobungsbetriebes und Übernahme der Anlage durch die KFA zum Jahresende 81, standen Anfang Januar eine Reihe größerer Wartungs- und Revisionsarbeiten sowie, in Zusammenarbeit mit Fa. LURGI, die Behebung noch anstehender Mängel an einzelnen Anlagenkomponenten im Vordergrund.

Diese Arbeiten umfaßten insbesondere die gründliche Überholung des Erdgas-Kohlenverdichters (G-102), des Lösegasverdichters (G-103), des Kreislaufgebläses (G-201), des Spaltgasverdichters (G-202) und der Instrumentenluftverdichter (G-501/R). Zur werkstatmäßigen Überarbeitung der Dichtungsflansche am Gemischgasüberhitzer (E-113) mußte dieser vollständig demontiert und außerdem der obere Rohrflansch abgetrennt und neu ausgerichtet werden.

Im Rahmen der von LURGI als notwendig angesehenen Ertüchtigung der Helium-Reinigungsanlage (Einheit 300) wurden die vorhandenen Ventile gegen Kugelhähne ausgetauscht. Zusätzlich wurden die Lippenringdichtungen der Mannlöcher an den CO₂-Absorptionsreaktoren (D-303 A/B) zugeschweißt.

Um eine bessere Vorratshaltung zu gewährleisten, wurde der vorhandene Standbehälter für Flüssig-Stickstoff mit 3000 L Inhalt gegen einen größeren mit 12 000 L Fassungsvermögen Anfang Mai ausgewechselt. Auch die Versorgung mit Helium wurde durch einen Rahmenliefervertrag, der die Bereitstellung der benötigten Mengen durch fahrbare HD-Speicher der Lieferfirma mit einschloß, ganz wesentlich gegenüber dem vorher praktizierten Verfahren der Versorgung mit Flüssig-Helium durch die Abfüllstation der TD-EV der KFA verbessert.

Im Rahmen der Mängelbeseitigung wurden außerdem die Tuchfilter des mechanischen Filters (F-108) der Kondensatreinigung gegen

Filterkerzen mit 1 My Filterfeinheit ausgetauscht. Die Mischbettfilteranlage (D-601 A/B) wurde komplett umgebaut und durch eine dritte Einheit (D-601 C) mit 400 L Harzvolumen ergänzt. Hierdurch sollten die bislang nicht befriedigenden Standzeiten der Filterdurchläufe auf akzeptable Werte - mindestens ≥ 72 h - verlängert werden. Diese erwarteten Standzeiten konnten dann im späteren Fahrbetrieb, bis auf wenige Ausnahmen, auch erreicht und überschritten werden.

Notwendige Änderungen mußten auch für die Entnahmen von Analysenproben zur Kontrolle der Gaszusammensetzung im Spalt-, Prozeßgas- und Heliumsystem sowie für die kontinuierliche Überwachung der Speisewasser- und Kondensatkreisläufe vorgenommen werden. Zur besseren Konditionierung des Dampferzeuger-Speisewassers mit Levoxin bzw. Ammoniaklösung wurde die vorhandene Dosiereinrichtung ertüchtigt. Die Zugabe des Konditionierungsmittels soll bei der neu installierten Dosierpumpe zu einem späteren Zeitpunkt über die kontinuierliche Meßwerterfassung der vorliegenden Hydrazin-Konzentration gesteuert werden.

Am 10. Mai konnte dann schließlich mit dem Anfahren der Anlage für den vorgesehenen 1. Versuchsbetrieb begonnen werden. Nach anfänglichen Schwierigkeiten bei der Inbetriebnahme der Spaltanlage wie auch bei der Methanisierung, konnten beide Einheiten am 14. Mai gekoppelt und der 1. Meßpunkt angefahren werden, der am 18. Mai eingestellt wurde.

Die ertüchtigte Helium-Reinigungsanlage war inzwischen voll in Betrieb genommen worden und arbeitete weitgehend störungsfrei. Der Taupunkt des Heliums nach der Reinigung lag bei -60°C ; im Hauptsystem wurden zeitweise -50°C erreicht.

Zu den vom Abnahmelauf her bekannten Methan-Leckagen, insbesondere an der Stopfbuchse des Trockenläufer-Kolbenverdichters (G-102), machten sich zu diesem Zeitpunkt weitere Leckagen an undicht gewordenen Sicherheitsventilen der Einheit 700 bemerkbar,

die zu erheblichen zusätzlichen Methan-Verlusten beitrugen. Eine kurzfristige Beseitigung dieser Undichtigkeiten war aus technischen Gründen nicht möglich, da hier nur ein nachträglicher Einbau von Berstscheiben vor die undichten Sicherheitsventile zu einer Problemlösung führen konnte. Diese Ertüchtigungsarbeiten mußten daher auf die Zeit vor dem 2. Versuchslauf in die 2. Jahreshälfte verschoben werden.

Bis zum 28. Mai wurden 5 weitere Meßpunkte angefahren und zur Auswertung eingestellt. Im Heliumsystem war während dieser Zeit ein leichter aber ständiger Taupunktanstieg zu registrieren, der schließlich bei -36°C sein Maximum erreichte. Die Ursache konnte nicht zufriedenstellend geklärt werden. Vermutet wird, daß eine Rückbefeuchtung des über das Silikagelfilter vorgetrockneten Heliums an den Molsieben der eigentlichen Wasserabsorptions-Reaktoren (D-302 A/B) stattfand. Eine größere Helium-Leckage verursachte kurzzeitig ein undichtiges Ventil der Helium-Reinigungsanlage.

Anfang Juni konnte das Heizwerk aufgrund von Revisionsarbeiten keine Wärmeleistung mehr von der ADAM II-Anlage übernehmen, so daß die ausgekoppelte Wärme voll über die neuen Luftkühler abgefahren werden mußte.

Infolge zu starker Abkühlung des Eintrittsgases auf unter 370°C fiel am 9. Juni der Gegenstrom-Kühlreaktor (D-203) aus. Bei dem Versuch, den Reaktor durch Frischgaszugabe wieder zum Anspringen zu bringen, wurde die obere Katalysatorschicht durch die damit einhergehende Kondensatbeladung inaktiv, was aber für den weiteren Versuchsbetrieb keine Auswirkung zeigte.

Am 10. und 11. Juni wurden die NFE- und PNP-Referenz-Meßpunkte angefahren und zur Auswertung gebracht.

Der plötzliche Riß eines Druckschlauches zwischen Gleitringdichtung des Heliumgebläses (G-101) und Phasentrenntank führte dann am 13. Juni nach insgesamt 912 Fahrstunden zu einer auto-

matischen Anlagenabschaltung. Trotz der sofortigen Bemühungen der Schichtmannschaft, unter den gegebenen Bedingungen die Dichtung wieder zum Anliegen zu bringen und den weiteren Austritt von Helium in das Phasentrennsystem zu unterbinden, konnte nicht verhindert werden, daß bei diesem Störfall erhebliche Verluste an Helium infolge des anstehenden Druckgefälles im System eintraten. Der Systemdruck fiel dabei von 40 auf 20 bar ab.

Nach Ersatz des defekten Druckschlauches wurde am 14. Juni mit dem Wiederauffahren der Spaltanlage begonnen. Hierbei ergaben sich infolge unzureichender Entlüftung der Sicherheitsvorlage (F-110) unerwartete Schwierigkeiten. Da sich gleichzeitig weitere Undichtigkeiten an den übrigen Druckschläuchen des Heliumgebläses bemerkbar machten, wurde der Anfahrversuch abgebrochen.

Am 21. Juni wurde die Anlage nach erfolgtem Austausch der restlichen Druckschläuche an der G-101 wieder problemlos angefahren und am 22. mit der Methanisierung gekoppelt. Der weitere Versuchsbetrieb mußte dann aber am 23. Juni durch den plötzlichen Ausfall des Kreislaufgebläses (G-201) abgebrochen werden, wobei die beiden Anlagen nach der Entkopplung bis zur Klärung der Ursache des Gebläseausfalls zunächst weiter im Warmhaltezustand gehalten wurden.

Bei der Demontage des Kreislaufgebläses zeigte sich dann, daß sich die Halteschraube des Laufrades gelöst hatte, das Laufrad dadurch abgesackt war und dabei am Diffusor anstriefte. Die trotz Linksgewinde eingetretene Lockerung der Halteschraube hat sehr wahrscheinlich die Verwendung eines falschen Werkstoffes als Ursache. Unter den vorherrschenden Betriebstemperaturen konnten bei unterschiedlichen Ausdehnungsverhalten Vibrationseffekte wirksam werden, die dann zu einem Herausdrehen der Schraube führten. Die am Laufrad, der hochtourigen Welle und dem Mitchell-Lager eingetretenen Schäden schlossen eine Nachbesserung aus, so daß vollständiger Ersatz dieser Teile

notwendig wurde. Da sich aber die Lieferung der Ersatzteile einschließlich deren Einbau bis in die 3. Juliwoche hinziehen sollte, war mit einem Wiederauffahren der Anlage vor Ferienbeginn nicht mehr zu rechnen. Daher wurde zum 25. Juni auch der endgültige Abbruch des 1. Versuchsbetriebes beschlossen.

Die im vergangenen Jahr für den Anlagenbetrieb nicht sehr befriedigende Personalsituation der Schichtmannschaft, konnte in den ersten Monaten des neuen Jahres weitestgehend gelöst werden.

Anstelle der bisher von RBW im Leasing-Verfahren zur Verfügung gestellten Anlagenfahrer, wurden 7 von RBW festangestellte Mitarbeiter übernommen. Von diesen waren allein 5, entweder über ein befristetes Arbeitsverhältnis mit der KFA oder als Leih-Facharbeiter über RBW, schon mehr als 10 Monate an der Anlage tätig, so daß bei ihnen der notwendige Erfahrungs- und Kenntnisstand für den Anlagenbetrieb vorhanden war. Mit Einwilligung des Vorstandes der KFA konnte die Betriebsleitung weiterhin 5 Mitarbeiterstellen der Schichtmannschaft, die zum Jahresbeginn z.Teil durch Auslaufen der befristeten Arbeitsverträge vakant geworden waren, neu besetzen. Hiervon konnten allein 4 Stellen durch Übernahme qualifizierter Anlagenfahrer von der für längere Zeit stillgelegten HHV-Anlage besetzt werden.

Ungeklärt war zum Ende des Berichtszeitraumes noch die evtl. erforderliche Neubesetzung der 5. Schichtleiterposition. Durch den krankheitsbedingten langfristigen Ausfall des bisherigen Stelleninhabers muß mit dieser Notwendigkeit für die Aufrechterhaltung eines sicheren Schichtbetriebes für die weiteren Versuchsverläufe der Anlage gerechnet werden.

4.2 Versuchsprogramm und Ergebnisse der Betriebsperiode Frühjahr 1982 der Versuchsanlage EVA II/ADAM II

1. Geplantes Versuchsprogramm

Da diese Betriebsperiode den ersten Betrieb in Eigenregie der Projektpartner darstellt, sollte durch eine breite Variation der Prozeßparameter insbesondere der helium- und prozeßgasseitigen Massenströme ein Kennenlernen der Grenzen aber auch der Abhängigkeiten ermöglicht werden. Ausgehend von einem Referenzpunkt mit einer Heliumeintrittstemperatur von 900°C und einem Druck von 30 bar, sowie einem Heliumdurchsatz von $2,5 \text{ kg/s}$ ($\sim 60\%$ des Maximalwertes) und einem Methandurchsatz von $1800 \text{ m}^3_{\text{N}}/\text{h}$ ($\sim 60\%$ des Maximalwertes) bei einem Zulaufverhältnis von $3/1 \text{ mol H}_2\text{O/mol CH}_4$ sollten zunächst schrittweise Methan- und Heliumdurchsatz gesteigert werden. Diese Steigerung wird begrenzt durch die maximalen Durchsätze der beiden Engpaßmaschinen Methan- und Spaltgaskompressor, weshalb eine allmähliche Drucksteigerung im Bereich höherer Durchsätze notwendig ist. Bei Erreichen der Durchsätze des NFE-Abnahmeversuchs sollte die Betriebstemperatur auf der Heliumseite auf 950°C gesteigert werden. Dieser Teil des geplanten Programms konnte durchgeführt werden. Der nachfolgend geplante Teil, bei 40 bar zunächst Steigerung des Heliumdurchsatzes bis zum Maximalwert und dann abgesehen vom Betriebsdruck, der mit 40 bar fixiert sein sollte, Absenken der Betriebstemperatur und schrittweises Absenken der Durchsätze konnte wegen Ausfalls des Recycle-Kompressors der Methanisierung nicht durchgeführt werden. Die Methanisierung sollte abgesehen vom Referenzpunkt (dort 600°C) mit 650°C Austrittstemperatur aus dem 1. Reaktor betrieben werden.

Die Daten des Teils des Versuchsprogramms, der durchgeführt werden konnte, sind in Tabelle 4.1 zusammengefaßt. Mit dem modifizierten GE-Programm sowie einem Anlagengesamtprogramm wurden mit den Vorgabewerten Rechnungen durchgeführt, die Aussagen darüber machten, welche Daten für die nicht fixierten Werte zu erwarten waren, bspw. max. Prozeßgastemperatur, Eintrittstemperatur in den Dampferzeuger, Austrittstemperatur Dampferzeuger, Prozeßgaszusammensetzung, Leistung des Heliumerhitzers usw. Von den Erwartungs-

werten sind in Tabelle 4.1 die Leistung des Heliumerhitzers und die maximale Prozeßgastemperatur aufgeführt.

Der mehrfach erwähnte Referenzpunkt (1A in der Tabelle) soll bei jedem Anfahren und vor dem Abfahren der Anlage jeweils eingestellt werden, um so Aussagen über Veränderungen in der Anlage machen zu können.

2. Durchführung der Versuche

Bei den Versuchen wurde Wert darauf gelegt, eine Überprüfung der Meßwerte vor Übergang zum nächsten Meßpunkt vorzunehmen. Nach Erreichen eines stabilen Betriebszustandes wurden die Durchsätze überprüft und mit den Vorgabewerten verglichen, Analysen gezogen und bei Vorliegen der Ein- und Austrittsanalysen eine Vorausausswertung durchgeführt. Erst bei hinreichender Übereinstimmung und Genauigkeit wurde die Freigabe für den nächsten Betriebspunkt erteilt. Durch diese Vorgehensweise konnte gewährleistet werden, daß einerseits die Betriebszeit pro Meßpunkt nicht unnötig verlängert wird andererseits aber die aufgenommenen Meßpunkte auch auswertbar sind. Als Engpässe haben sich dabei die Analysen und der an Sonn- und Feiertagen nicht mögliche Zugang zum Großrechner herausgestellt.

Schwierigkeiten ergaben sich erneut bei der Methanblende. Zwar waren die Abweichungen in der C-Bilanz verglichen mit der Spaltgasblende gegenüber der letzten Betriebsperiode (25%) deutlich niedriger. Trotzdem ist die jetzt vorliegende Abweichung von 5-8% noch nicht tolerierbar. Eine inzwischen erfolgte Nacheichung der Blende, sowie das Beheben eines festgestellten Lecks der Transmitterleitung lassen für die nächste Betriebsperiode eine verbesserte Genauigkeit erwarten. Schon während des Betriebs konnten durch Einbau eines Dämpfungsgliedes die Oszillationen der Anzeige der Blende (ca. $\pm 60 \text{ m}^3_{\text{N}}/\text{h}$ bei $2800 \text{ m}^3_{\text{N}}/\text{h}$) auf $\pm 20 \text{ m}^3_{\text{N}}/\text{h}$ gedrückt werden.

3. Ergebnisse

In Tabelle 4.2 sind die wichtigsten Meßdaten zusammengefaßt. Der Vergleich mit den Erwartungswerten für die maximale Pro-

zeßgastemperatur (Abweichung zwischen Erwartungs- und Istwert $\leq 10^{\circ}\text{C}$) sowie die Leistung des Heliumerhitzers (Abweichung je nach Last zwischen 200-500 kW) zeigt, daß

- die gewünschten Meßpunkte gut eingestellt waren
- die Simulationsrechnung eine sehr gute Übereinstimmung mit den in der Anlage herrschenden Verhältnissen hat.

3.1 Energiebilanzen

Für zwei Meßpunkte (1AO und 4) werden im folgenden genauere Energiebilanzen gegeben, wobei 1AO den Anlagenreferenzpunkt darstellt und der Punkt 4 mit dem NFE-Punkt des Garantielaufs übereinstimmt. Zur Erläuterung der Energiebilanzen sind in Abb. 4.1 und 4.2 die Verfahrenfließbilder der Anlagen EVA II/ ADAM II und die schematische Darstellung der Bilanzierung des Heliumkreislaufs (Abb. 4.3) wiedergegeben. In den Abb. 4.4 und 4.5 sind Sankeydiagramme für die Anlage EVA II der beiden Meßpunkte dargestellt. Als wesentlichstes Ergebnis ist zu nennen, daß unabhängig von der Leistung der im kalten Spaltgas eingekoppelte Anteil der Heliumerhitzerleistung etwa 53% beträgt. Dieser Wert wird auch in den übrigen Meßpunkten in etwa bestätigt. Zum jetzigen Zeitpunkt wäre es etwas verfrüht, generell zu sagen, daß bei einer Leistungsregelung über Massenströme der auskoppelbare Anteil an Fernenergie konstant ist, jedoch lassen die ersten Versuchsergebnisse diesen Schluß zu. Eine Bestätigung ist erst zu erwarten, wenn eine größere Serie von Meßpunkten bei konstantem Druck und konstanter Heliumeintrittstemperatur durchgeführt wurde.

Z.Zt. werden genauere Untersuchungen hinsichtlich der verschiedenen Verlustwärmern durchgeführt. Hier ergeben sich besondere Schwierigkeiten bei der Ermittlung der Verluste des Heliumkreislaufs, da diese nicht direkt gemessen werden können sondern errechnet werden und der Rechenwert neben den echten Verlusten auch alle sich aus Meßungenauigkeiten ergebenden Abweichungen enthält. Da die Wärmeverluste in erster Näherung unabhängig von der Leistung der Anlage sein dürften (außen isolierte Apparate), sollte dieser Wert bei späteren Messungen als Kriterium für die Güte eines Meßpunktes herangezogen werden können und

bei einer schnellen Beurteilung, ob ein Meßpunkt wiederholt werden muß, Hilfestellung geben.

Eine Analyse der in der coaxialen Heliumführung von heißem an kaltes Helium übertragenen Wärme zeigt, daß diese fast unabhängig vom Heliummassenstrom ist und eher von der Temperaturdifferenz zwischen heißem und kaltem Helium abhängt. Aber auch diese Abhängigkeit ist so schwach, daß gesicherte Aussagen z.Zt. noch nicht gemacht werden können. Unabhängig von der Leistung des Systems ist diese Wärmemenge zwischen 900 -1100 kW (siehe Abb. 4.6).

In Abb. 4.7 ist für die verschiedenen Meßpunkte die maximale Prozeßgastemperatur in Abhängigkeit vom Methaneinsatz dargestellt. Der Einfluß der verschiedenen Parameter ist deutlich zu erkennen. Generell ergibt bei sonst konstanten Verhältnissen eine Erhöhung des Methandurchsatzes eine niedrigere Spaltendtemperatur (gestrichelte Linien). Die Erhöhung des Heliumdurchsatzes ergibt eine Erhöhung der Spaltendtemperatur (a). Da bei Erhöhung des Druckes ein geringerer Umsatz erfolgt und damit die Endothermie des Prozesses abnimmt, resultiert hieraus eine Erhöhung der max. Prozeßgastemperatur (b). Wegen des erhöhten Umsatzes und erhöhten Bedarfs an fühlbarer Wärme führt eine Erhöhung des $\text{H}_2\text{O}/\text{CH}_4$ -Verhältnisses zu einer niedrigeren Spaltendtemperatur (c), während die Erhöhung der Heliumeintrittstemperatur in den RSO wegen der größeren mittleren Temperaturdifferenz zu einer Erhöhung der Spaltendtemperatur führt (d).

In Abb. 4.8 und 4.9 sind Sankeydiagramme der beiden Meßpunkte 1A1 und 4 für die Anlage ADAM II dargestellt. Als wesentlicher Unterschied zum EVA-Prozeß ist zu sehen, daß die Verluste fast durchsatzunabhängig sind (300-400 kW). Dies ist auch insofern sinnfällig, als alle Apparate eine Isolierung haben und ungefähr konstante Wärmeabstrahlung haben müßten, während beim EVA-Prozeß den durchsatzabhängigen Verlusten durch Kondensation des Überschußdampfes eine größere Bedeutung zukommt. Als wichtigstes Betriebsergebnis der Versuchsperiode ist zu nennen, daß die Anlage ADAM II auch bei den stark unterschiedlichen Durchsätzen und Zusammensetzungen des Eingangsgases die geforderte Ausgangszusammensetzung des "Methans" mit 95% CH_4 mit großer Konstanz liefern konnte.

	1 A	1 B	2 A	2 B	3 A	3 B	3 C
	V o r g a b e w e r t e						
P_{He} [bar]	30	30	30	30	30	30	35
$T_{He,RSO,Ein}$ [°C]	900	900	900	900	900	900	900
\dot{m}_{He} [kg/s]	2,5	2,5	2,5	2,5	2,9	2,9	2,9
\dot{V}_{CH_4} [m ³ N/h]	1800	1800	2000	2100	2100	2450	2450
$P_{PG,RSO,Aus}$ [bar]	30	30	30	30	30	30	35
H_2O/CH_4 [-]	3	4	3	3	3	3	3
$T_{MAX,1.R.}$ [°C]	600	600	650	650	650	650	650
	e r w a r t e t e W e r t e						
P_{He} [kW]	6634	6634	6634	6634	7700	7700	7700
$T_{PG,MAX}$ [°C]	813	804	803	797	812	801	799

Tabelle 4.1:

Plan des Fahrprogrammes in der Betriebsperiode Frühjahr 1982

	3 D	3 E	3 F	3 G*	3 H	4	5
	V o r g a b e w e r t e						
P_{He} [bar]	35	35	35	35	40	40	40
$T_{HR,RSO,Ein}$ [°C]	900	900	900	900	900	950	950
\dot{m}_{He} [kg/s]	3,3	3,3	3,5	3,5	3,5	3,5	3,5
\dot{V}_{CH_4} [m ³ N/h]	2500	2800	2800	3000	3300	3300	2500
$P_{PG,RSO,Aus}$ [bar]	35	35	35	35	40	40	40
H_2O/CH_4 [-]	3	3	3	3	3	3	4
$T_{MAX,1.R.}$ [°C]	650	650	650	650	650	650	650
	e r w a r t e t e W e r t e						
P_{He} [kW]	8762	8762	9300	9300	9300	10187	10187
$T_{PG,MAX}$ [°C]	808	796	801	794	789	821	844

Tabelle 4.1 Fortsetzung:

Plan des Fahrprogrammes in der Betriebsperiode Frühjahr 1982

(Fortsetzung)

* Fahrpunkt wurde gestrichen

	1 A O	1 A 1	1 B	2 A	2 B	3 A	3 B
P_{el} [kW]	6814	6817	7190	7264	7092	7969	8201
P_{He} [bar]	30,0	30,0	30,0	29,9	29,9	30,2	30,0
$T_{He,RSO,Ein}$ [°C]	905	905	904	904	903	902	905
\dot{m}_{He} [kg/s]	2,5074	2,5130	2,5521	2,5179	2,4835	2,8820	2,9103
\dot{V}_{CH_4} [m ³ N/h]	1880	1868	1816	2017	2133	2112	2466
\dot{H}_2O/CH_4 [—]	2,81	2,82	3,85	3,01	2,98	2,99	2,87
$P_{PG,RSO,Aus}$ [bar]	30,1	30,1	30,3	30,2	30,2	30,4	30,0
$T_{PG,MAX}$ [°C]	821	823	813	810	802	814	803
$T_{MAX,1.R.}$ [°C]	604	601	599	650	648	647	649
$P_{PG,1.R.,Aus}$ [bar]	34,3	34,3	34,4	34,9	35,2	35,2	36,1
$\dot{Q}_{NUTZ,ADAM}$ [kW]	3275	3182	3506	3416	3464	3767	4063
$\dot{Q}_{NUTZ,EVA}$ [kW]	1514	1507	1768	1783	1618	2302	2146

Tabelle 4.2:

Daten der Fahrpunkte in der Betriebsperiode Frühjahr 1982

	3 C	3 D	3 E	3 F	3 H	4	5
P_{el} [kW]	8168	8759	9567	9868	9733	10783	10627
P_{He} [bar]	35,0	35,2	35,2	35,0	40,2	40,1	40,2
$T_{He,RSO,Ein}$ [°C]	907	903	905	903	905	958	957
\dot{m}_{He} [kg/s]	2,9213	3,3025	3,4203	3,5178	3,4747	3,4657	3,4905
∇_{CH_4} [m ³ N/h]	2495	2555	2810	2825	3335	3310	2480
H_2O/CH_4 [—]	2,95	2,92	2,96	2,95	2,89	3,07	4,05
$P_{PG,RSO,Aus}$ [bar]	35,0	35,2	35,1	35,1	40,2	41,6	40,0
$T_{PG,MAX}$ [°C]	807	809	800	802	797	827	849
$T_{MAX,l.R.}$ [°C]	654	650	648	651	651	649	649
$P_{PG,l.R.,Aus}$ [bar]	38,0	38,3	40,1	40,1	46,6	46,8	43,8
$\dot{Q}_{NUTZ,ADAM}$ [kW]	4009	4187	4476	4496	4771	5528	5125
$\dot{Q}_{NUTZ,EVA}$ [kW]	1992	2171	2425	2768	2185	2338	2511

Tabelle 4.2 Fortsetzung:
Daten der Fahrpunkte in der Betriebsperiode
Frühjahr 1982 (Fortsetzung)

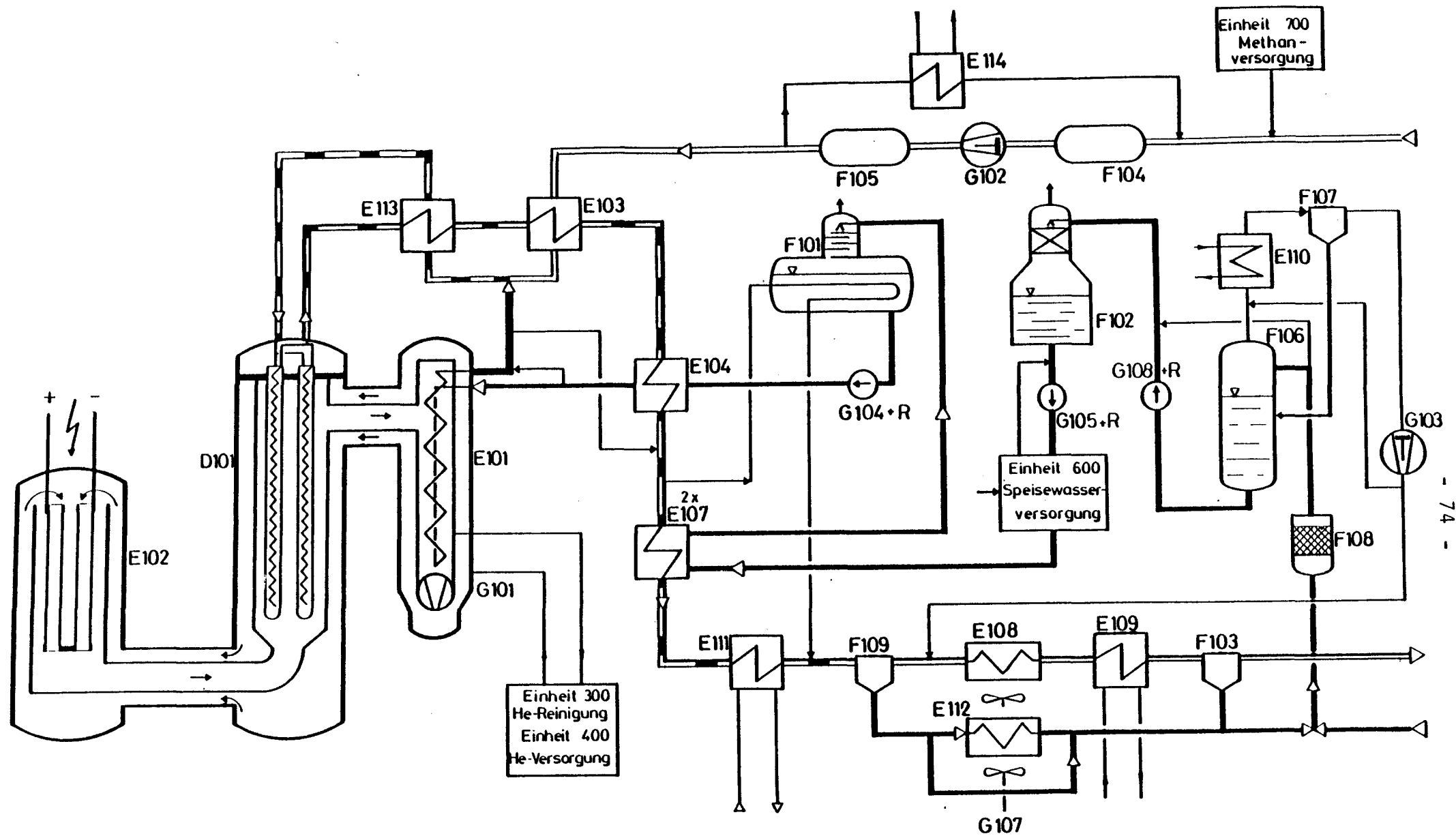


Abb. 4.1 :

Verfahrensfließbild der Versuchsanlage EVA II

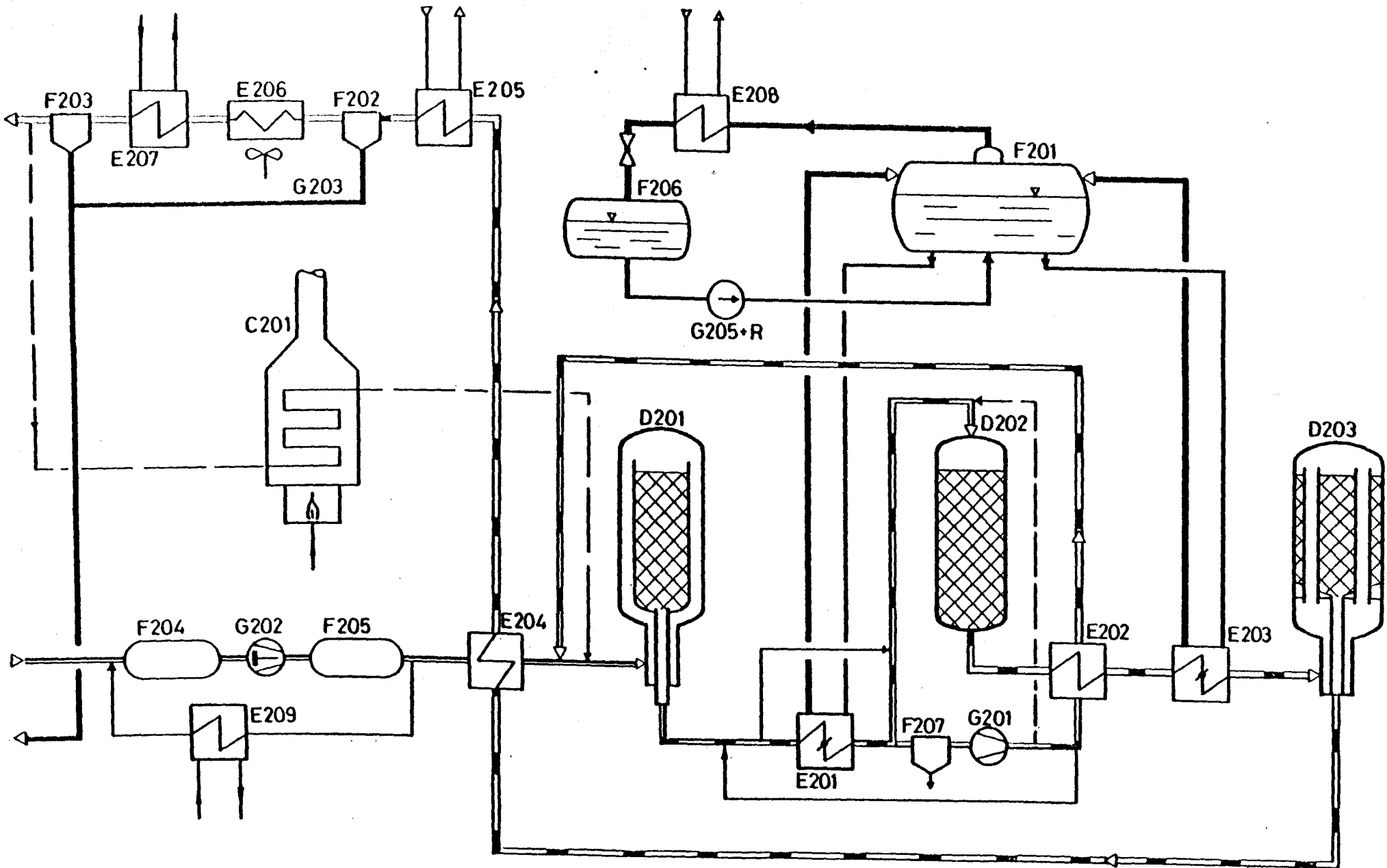


Abb. 4.2:
Verfahrensfließbild der Versuchsanlage ADAM II

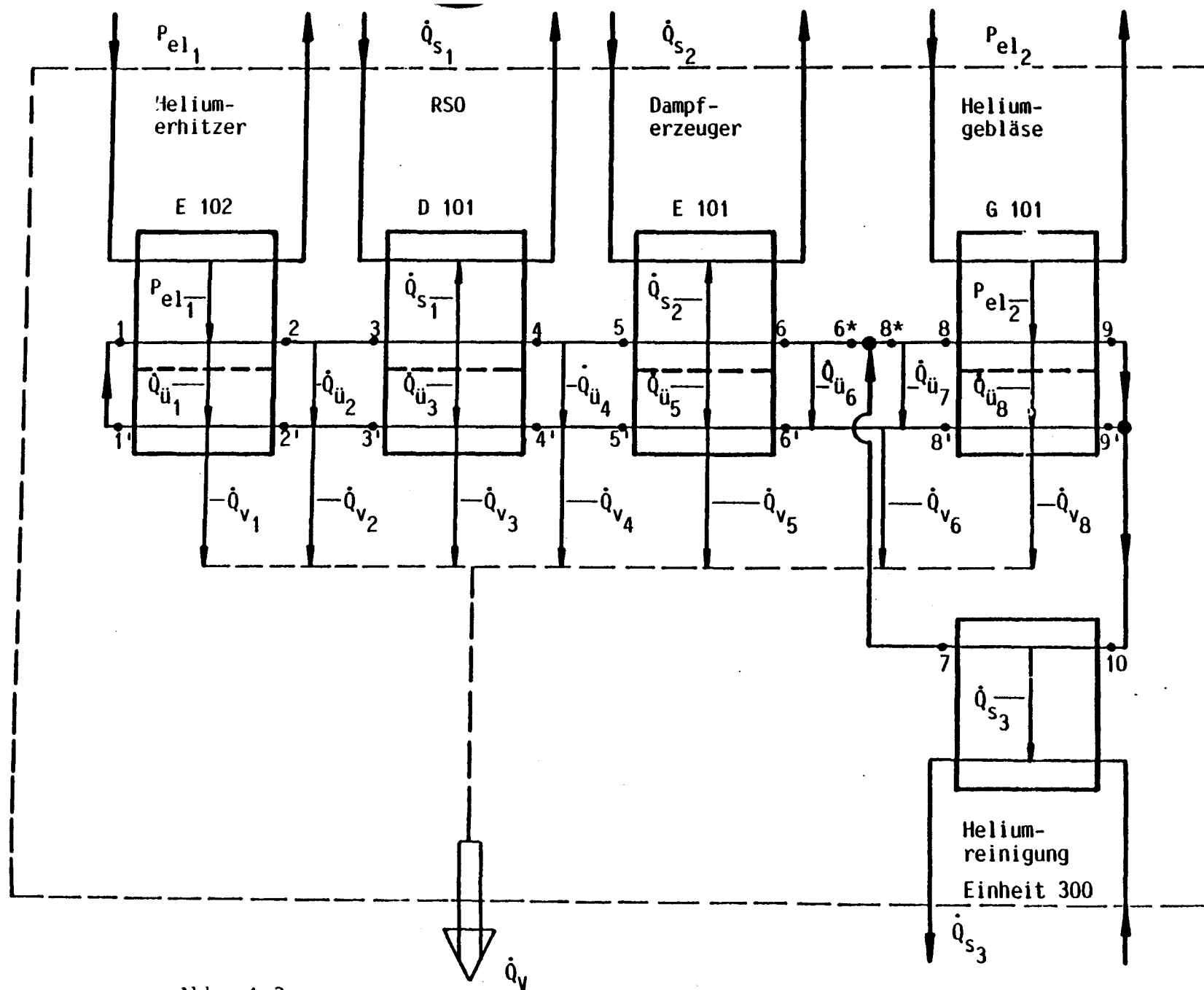


Abb. 4.3:
Energiebilanz des Heliumkreislaufs

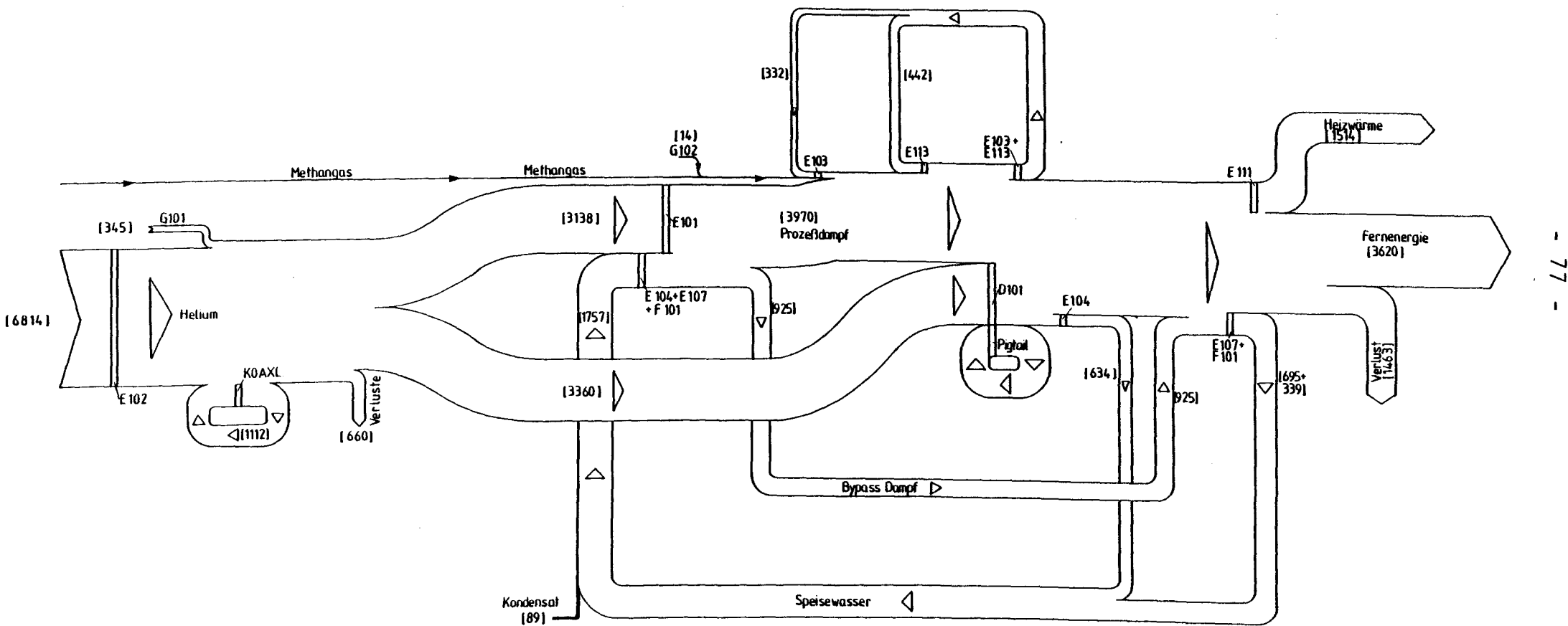


Abb. 4.4: Sankeydiagramm EVA II für Meßpunkt 1A

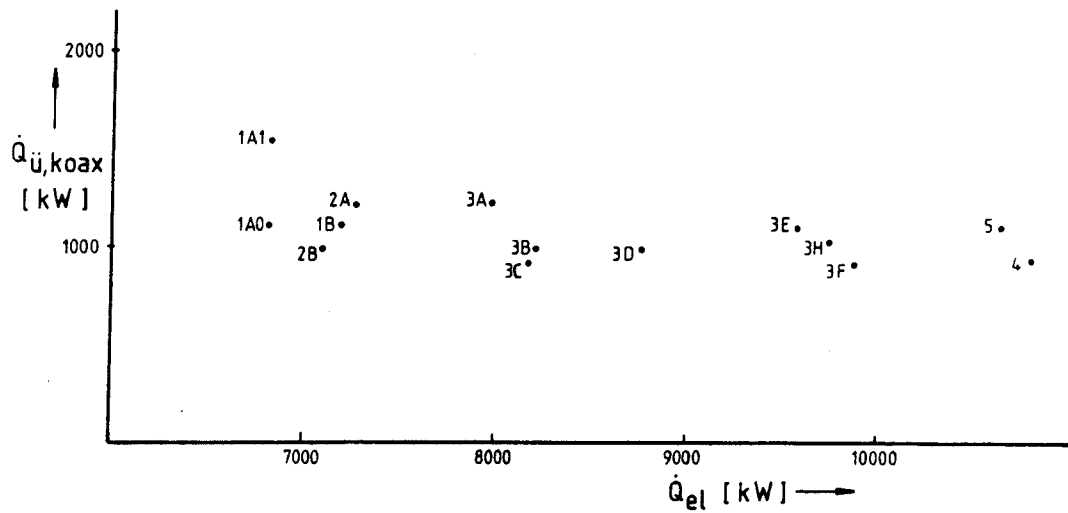


Abb. 4.6: Wärmeübertragung von heißem an kaltes Helium in der Koaxialleitung

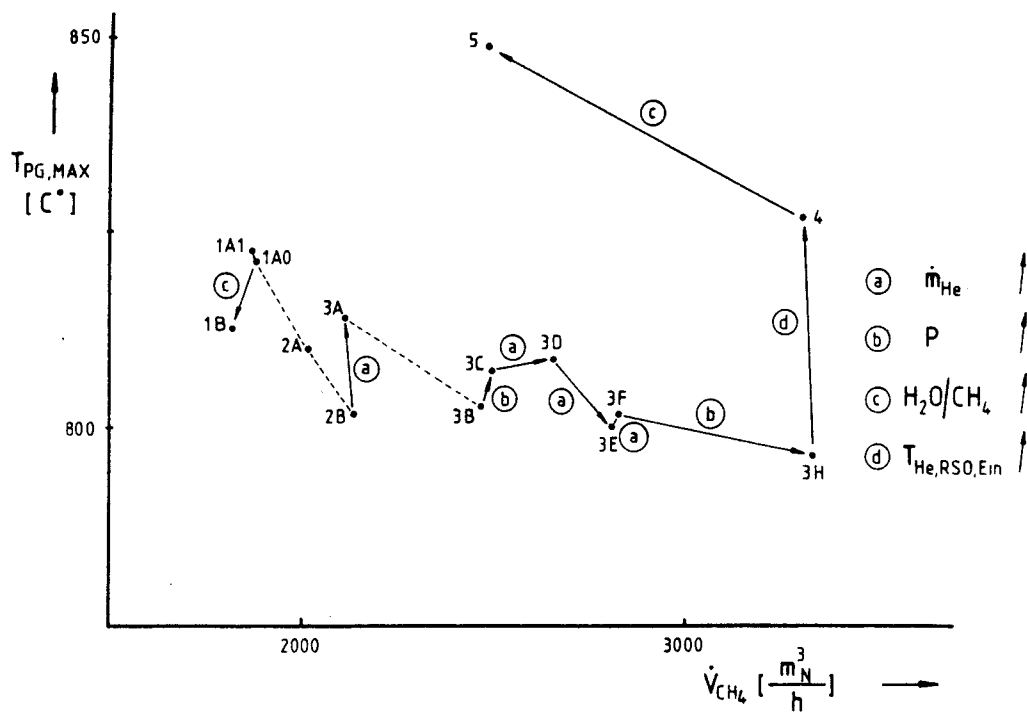


Abb. 4.7: Maximale Prozeßgastemperatur der Spaltrohre als Funktion des Methaneinsatzes

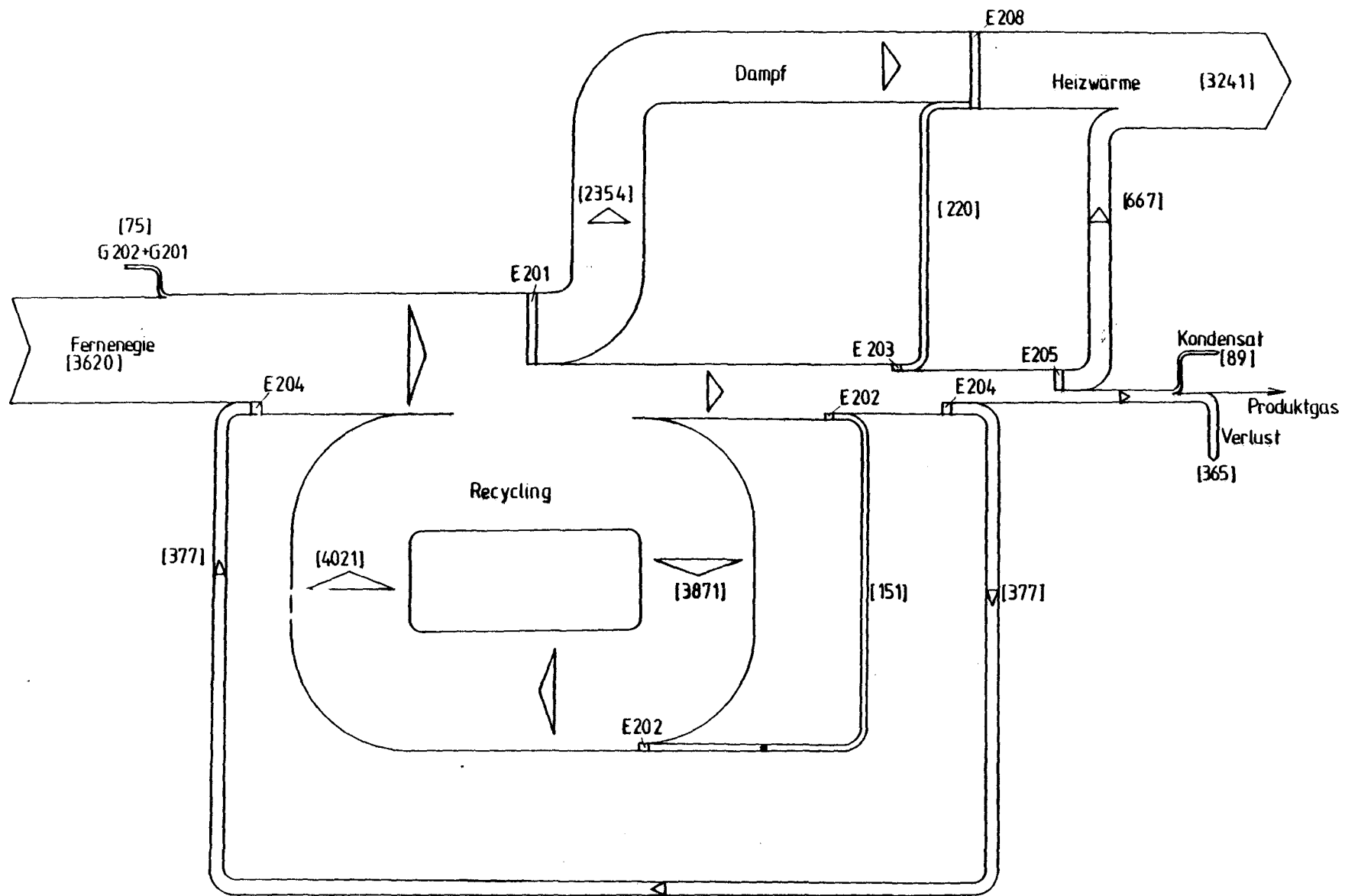


Abb. 4.8: Sankeydiagramm ADAM II für den Meßpunkt 1A1

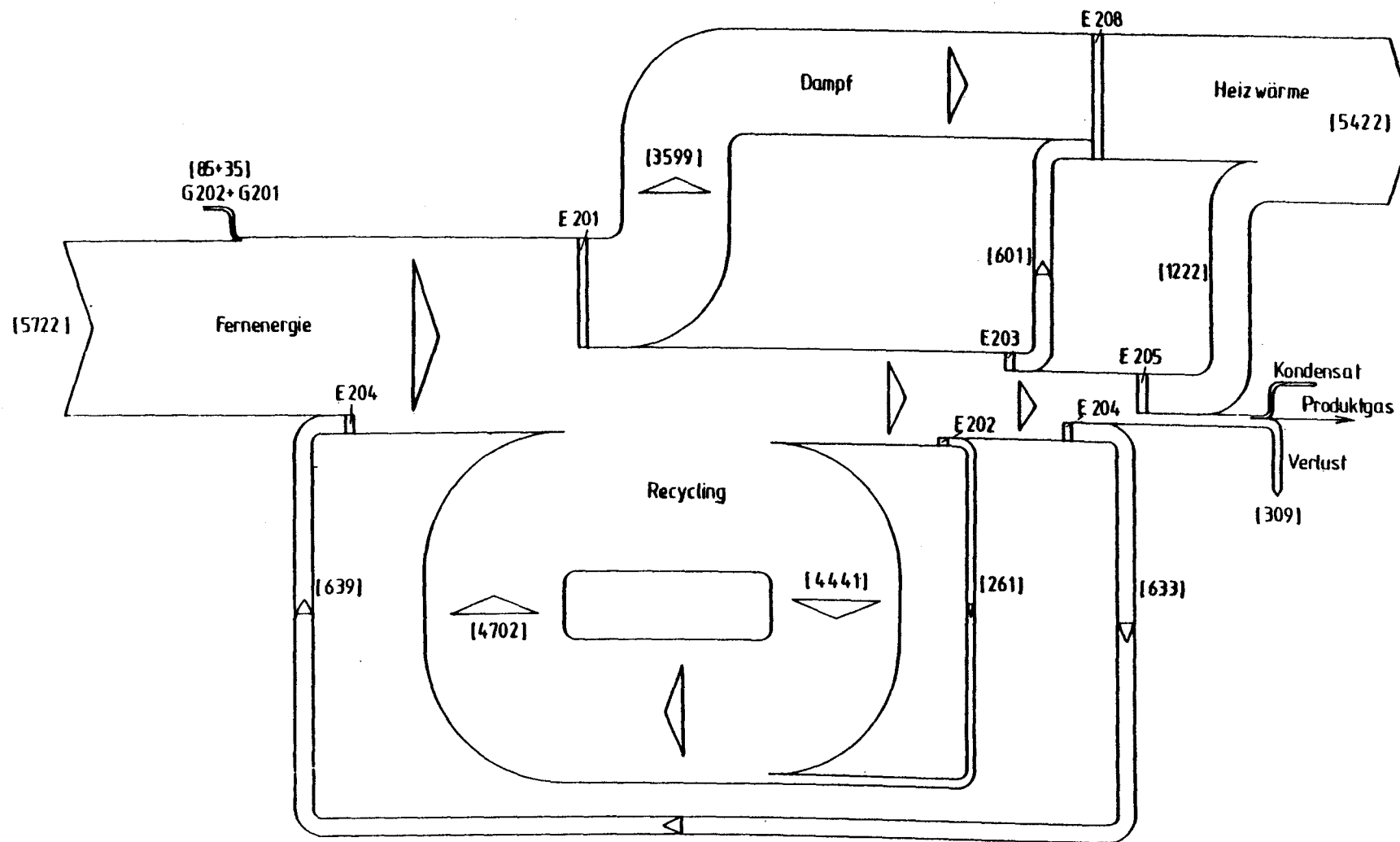


Abb. 4.9: Sankeydiagramm ADAM II für den Meßpunkt 4

5. Zum Programmpunkt 3.8

Untersuchung metallischer Werkstoffe

5.1 Zeitstandversuche

5.1.1 Zeitstandversuche unter HTR-Helium, "ZEMAK II"

Wärmetauschende Apparate einer PNP/NFE-Anlage haben den langen vorgesehenen Einsatzzeiten unter der Einwirkung der Verunreinigungen des Primärkreisgases standzuhalten. Langzeitfestigkeitswerte der metallischen Strukturwerkstoffe müssen deshalb unter simuliertem Helium ermittelt werden. Dazu sind in der KFA Zeitstandprüffelder (ZEMAK) aufgebaut worden, an deren Einsatz sich das Projekt NFE beteiligt.

5.1.1.1 Zielsetzung

Für Zeitstandversuche in HTR-Helium wird mit Mitteln, die dem Projekt NFE zugeordnet werden, das Prüffeld II eingesetzt.

In dem Prüffeld werden folgende Teilprogramme fortgeführt:

- Zeitstandprogramm der Projekte PNP/NFE,
- im Rahmen des HHT/PPN/NFE-Programmes sollen mechanische Eigenschaften von 5 Werkstoffen nach Auslagerung unter Spannung in HHT- und PNP-Helium sowie unter Luftatmosphäre bei 600 und 850 °C ermittelt werden,
- Programm zur Untersuchung der Zeitstand-Kerbversprödung,
- Korrosionshauptprogramm der Projekte PNP/NFE (Probenposition am Gaseintritt),
- Korrosionshauptprogramm zu Modellschmelzen.

5.1.1.2 Stand des Prüffeldes ZEMAK II

Zwei Mehrprobenprüfstände sind mit neuen Öfen ausgerichtet worden. Es traten keine längeren Betriebsunterbrechungen auf.

5.1.1.3 Ergebnisse

Die Daten aus dem PNP/NFE-Programm wurden laufend in die Datenbank übernommen.

Die vorhandenen Zeitstandfestigkeitsdaten für INCONEL 617 wurden zusammengestellt. Ergebnisse von PNP-Programmen und von veröffentlichten Daten, ermittelt in verschiedenen Testheliumzusammensetzungen, wurden mit den Herstellerdaten verglichen. Es konnte gezeigt werden, daß nur wenige Punkte außerhalb der von den Herstellerdaten ermittelten Streubändern liegen. Es ist kein Einfluß des Testheliums in Versuchen bis ca. 40.000 h erkennbar. Ein Bericht liegt als Manuskript vor.

Die Versuche, den Kerbeinfluß auf die Zeitstandfestigkeit von INCONEL 617, HASTELLOY X, NIMONIC 86 und INCOLOY 800 H bei 700 und 900 °C zu ermitteln, sind planmäßig fortgesetzt worden.

Die Auswertung der Ergebnisse der RT-Zugversuche an NIMONIC 86 und HASTELLOY X wurde abgeschlossen. Die Ergebnisse zeigt Abbildung 5.1 als Funktion der bleibenden Dehnung des vorherigen Zeitstandversuches. Als Vergleich sind die Ergebnisse von Proben, die ohne Spannung bis 3000 h ausgelagert wurden (also bei Kriechdehnung $\varepsilon = 0$), mit eingetragen worden.

Die beiden Legierungen zeigen einen leichten Abfall der Festigkeitskennwerte nach steigender Kriechdehnung. Die RT-Bruchdehnung für NIMONIC 86 wird durch Kriechdehnungen bis zu 1 % nicht wesentlich beeinflusst, sie bleibt bei 50 %. HASTELLOY X zeigt hingegen eine Abnahme der RT-Duktilität vom Ausgangswert 55 % auf ca. 30 % durch rein thermische Effekte und zusätzlich eine weitere Abnahme bis auf ca. 15 % nach 0,2 - 0,4 % Kriechdehnung.

Wegen der Dehnratenabhängigkeit der Kennwerte bei Warmzugversuchen werden für einige unter Last ausgelagerten Proben kurzzeitige Zeitstandversuche durchgeführt, wodurch auch ein Beitrag zur Ermittlung der Schadensakkumulation geleistet wird. Die ersten Versuche, die für eine Bruchzeit von ca. 200 h bei der gleichen Temperatur wie bei der ersten Auslagerung (850 °C) ausgelegt worden waren, sind abgeschlossen worden, und die Ergebnisse werden zur Zeit ausgewertet.

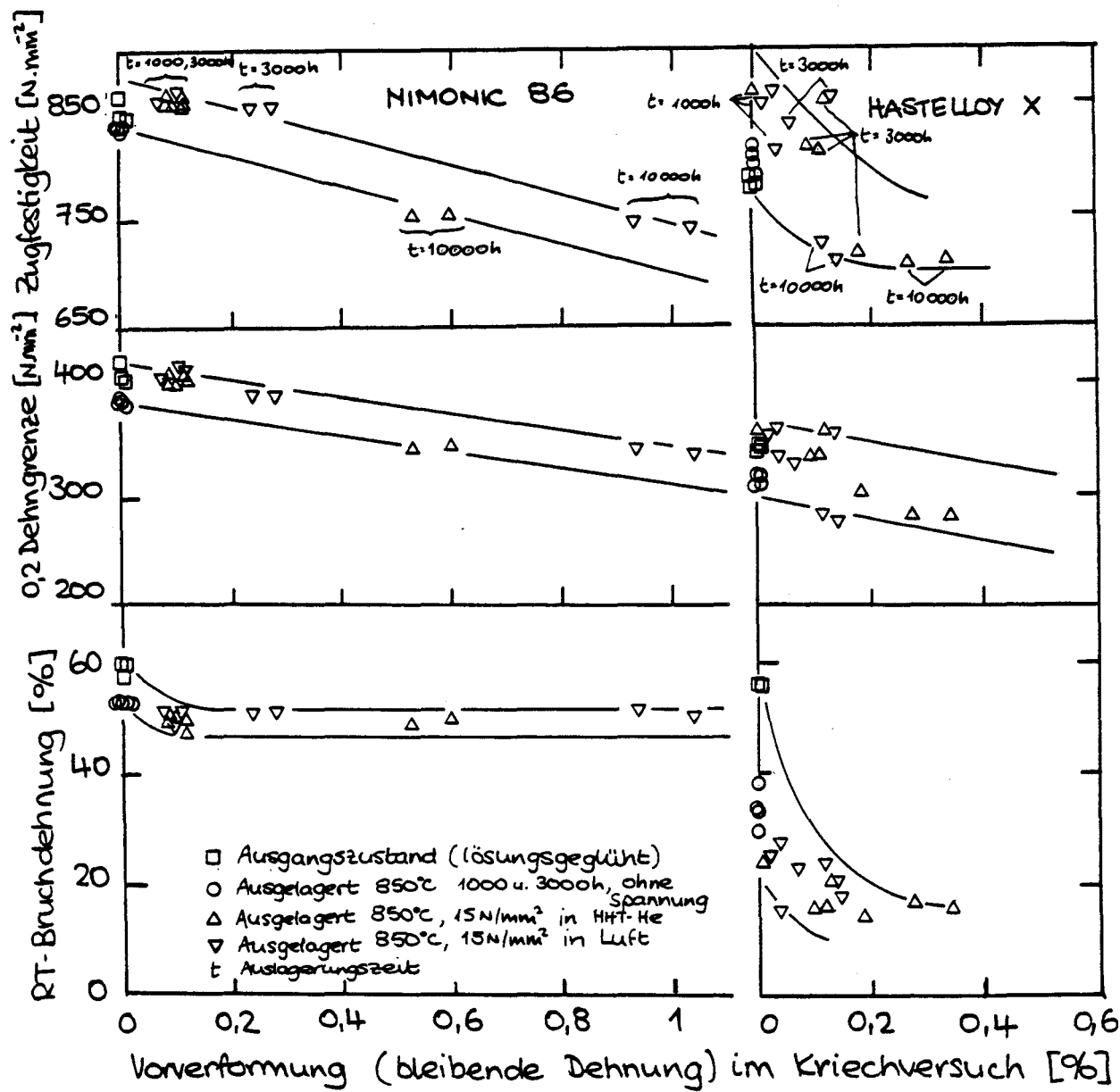


Abb. 5.1: RT-Festigkeitskennwerte für NIMONIC 86 und HASTELLOY X, ausgelagert unter Spannung in Luft und HHT-Standardhelium

Zur Ermittlung des Einflusses der Aufkohlung auf die Kerbschlagzähigkeit von INCONEL 617 und INCOLOY 800 H wurden die restlichen metallographischen Nachuntersuchungen durchgeführt. Einige zusätzliche Kerbschlagversuche werden für INCONEL 617 mit höheren Aufkohlungsgraden durchgeführt (integrale C-Gehalt ca. 0,4 Massen-%), um die Kerbschlagzähigkeit im Bereich der zulässigen C-Gehalte voll abzudecken. Damit wird diese Arbeit abgeschlossen.

5.1.2 Zeitstandversuche im Prozeßgas der Methanreformierung, "ZEMAK III"

5.1.2.1 Zielsetzung

Legierungen, die für Spaltrohre zur Methanreformierung in NPW-Anlagen eingesetzt werden, stehen einerseits unter dem Einfluß des Reaktorheliums, andererseits sind sie einem Prozeßgas ausgesetzt, das aus H_2 , CH_4 , CO , CO_2 und H_2O besteht (Standardprozeßgaszusammensetzung siehe NFE-Bericht I/1978).

Um Daten für die Auslegung prozeßgasführender Komponenten, insbesondere für Spaltrohre zu erhalten, wird im Zeitstandprüffeld ZEMAK III an den für Spaltrohre vorgesehenen Werkstoffen INCOLOY alloy 800 H, HASTELLOY X, NIMONIC 86, INCONEL 617 und MANAURITE 36 X bei 800 °C bis 950 °C in Intervallen von 50 °C das Zeitstandverhalten unter Prozeßgas ermittelt.

5.1.2.2 Stand der Versuche

Die Versuche wurden weitgehend störungsfrei fortgeführt. Bis zum Ende des Berichtszeitraumes wurden max. 15.500 Prüfstunden erzielt. Wie in /1/ beschrieben, wurden die Versuche an INCOLOY 802 und Alloy IN-519 mit geplanter Prüfzeit von 30.000 h nach maximal 13.000 h beendet und Proben von je zwei Chargen der Nickelbasiswerkstoffe HASTELLOY X und NIMONIC 86 mit geplanten Bruchzeiten von 5000 h und 10.000 h eingesetzt. Außerdem wurden Proben aus einem Schmiedering aus INCONEL 617 gefertigt und damit freie Probenplätze belegt. Repräsentatives Halbzeug aus INCONEL 617 zur Probenherstellung konnte mittlerweile über Rheinbraun beschafft werden. Proben befinden sich in der Fertigung.

5.1.2.3 Ergebnisse

Über die Versuche an INCOLOY 802 und Alloy IN-519 wird ein Abschlußbericht verfaßt, sobald die letzten Versuche an diesen beiden Werkstoffen bei der DECHEMA abgeschlossen sind.

In Abb.4.2 sind als Beispiel und erster Vergleich das Kriechverhalten von Proben aus stranggepreßten Rohren der Werkstoffe HASTELLOY X und NIMONIC 86 gegenübergestellt. Die aus der Abbildung ersichtliche Tendenz, daß bei NIMONIC 86 1 % Dehnung wesentlich früher als bei HASTELLOY X erreicht wird, setzt sich nach den bisher vorliegenden Ergebnissen auch bei anderen Spannungen und Temperaturen fort.

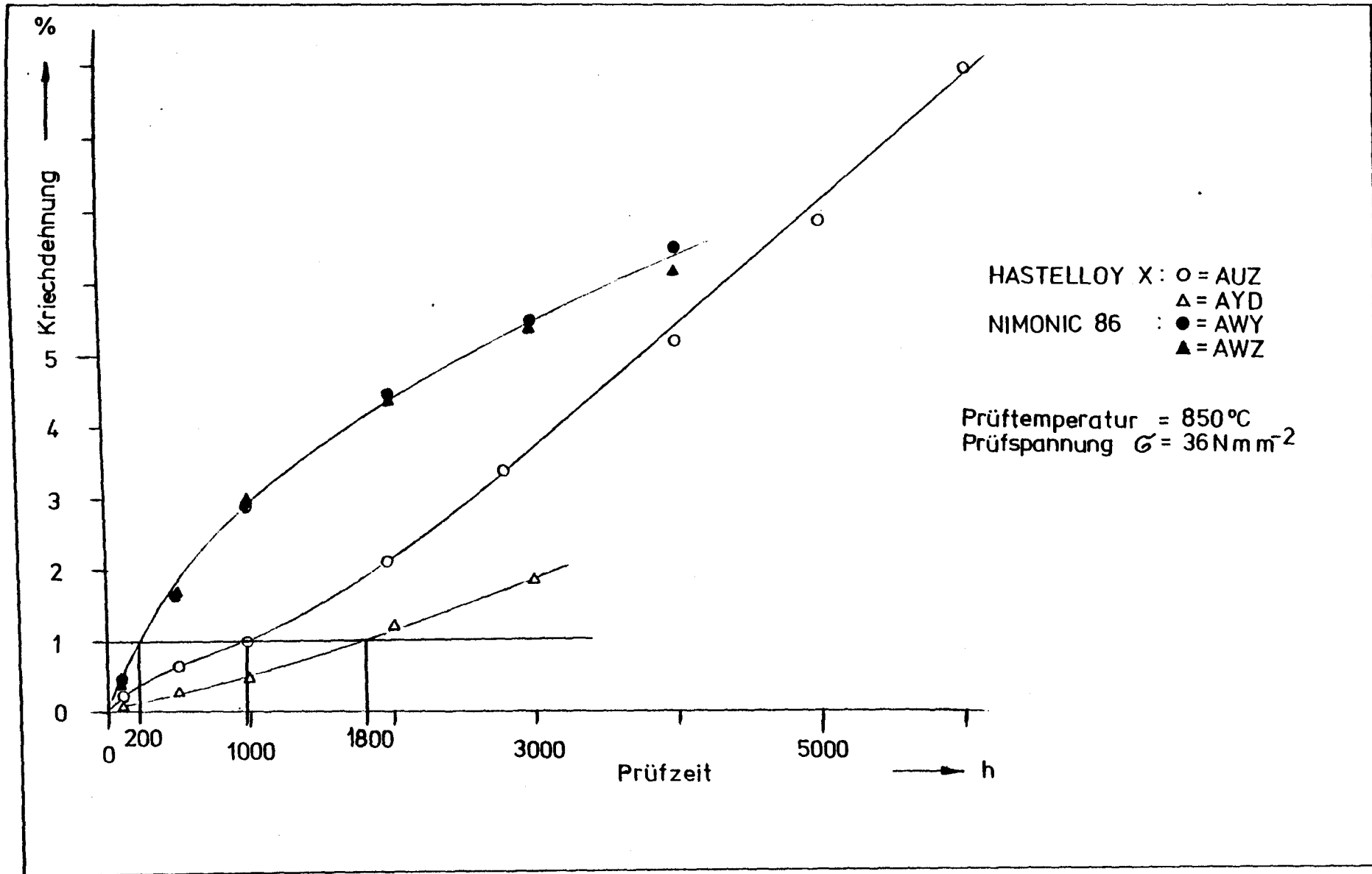
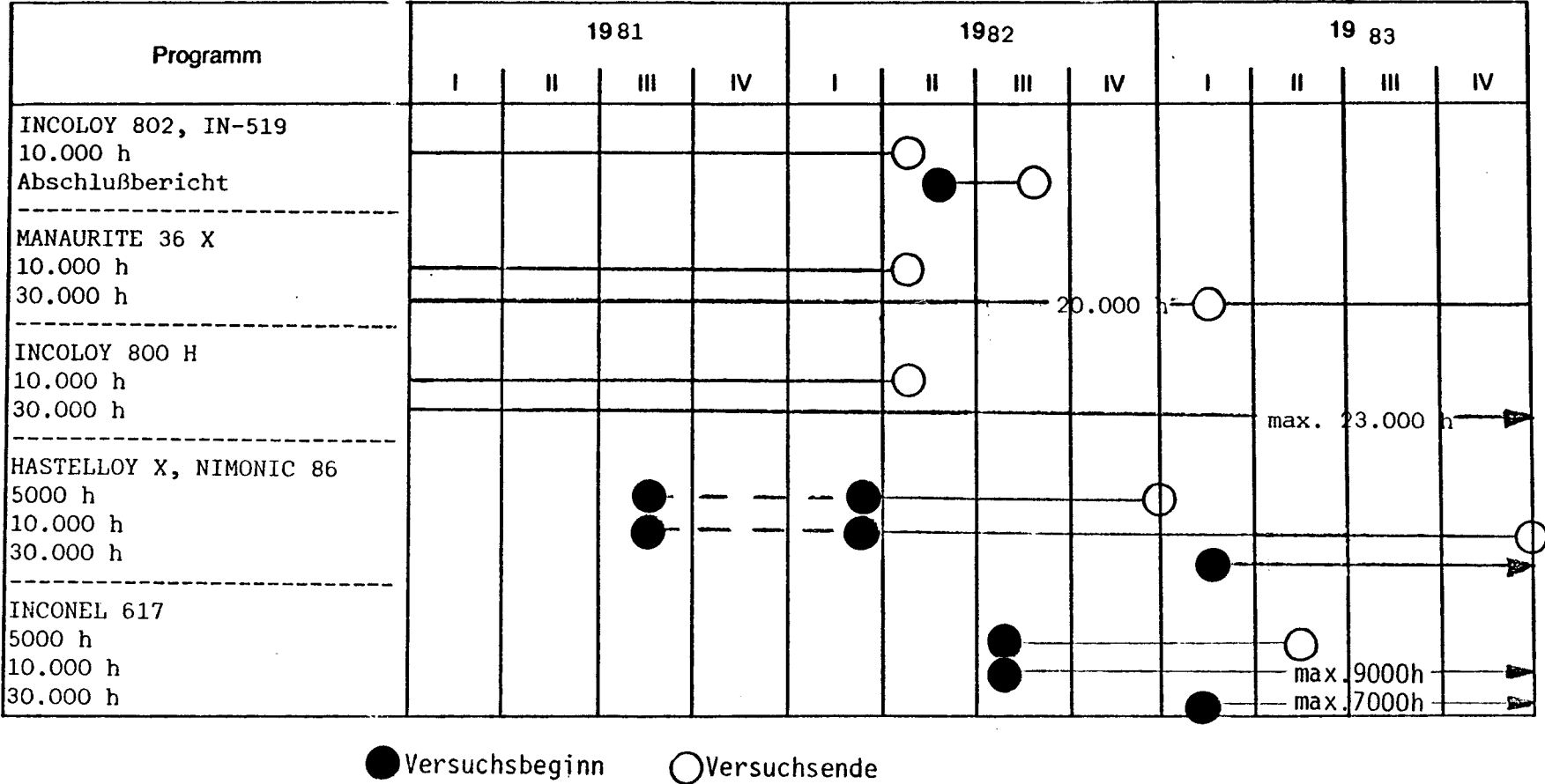


Abb. 4.2: Vergleich von Zeitdehnlinien von HASTELLOY X und NIMONIC 86

Terminplan Zeitstandversuche im Prozeßgas der Methanreformierung ZEMAK III



5.2 Korrosion in HTR-Helium

5.2.1 PNP/NFE-Hauptkorrosionsprogramm

In diesem Programm sollen unbelastete Proben der Legierungen der PNP-Referenzliste im Temperaturbereich 800 - 950 °C 300, 1000, 3000, 10.000 und ggf. 30.000 h in PNP-Heliumatmosphäre ausgelagert und anschließend nachuntersucht werden. Außerdem ist die KFA für die Nachuntersuchungen an den in PNP-Standardhelium ausgelagerten INCOLOY 800 H-Proben zuständig, während die anderen Legierungen bei HRB und GHT/IA nachuntersucht werden.

Die KFA-Nachuntersuchungen bis zu Auslagerungszeiten von 10.000 h sind abgeschlossen und die Ergebnisse in Berichten zusammengestellt /2, 3/.

Die Auslagerung der 30.000 h-Proben (INCOLOY 800 H und INCONEL 617) bei 800 und 950 °C dauert zur Zeit noch an.

In den Versuchen, bei dem Proben der vier PNP-Referenzwerkstoffe direkt am Gaseintritt der Öfen eingebaut wurden, sind Auslagerungszeiten von etwa 3000 h erreicht worden. Obwohl auch bei diesen Versuchen Abreicherungen z. B. von H₂O über die Rezipientenlänge auftreten, lassen sie sich im Sinne der "Variation der Gaszusammensetzung" für Aussagen zur Gasmetalwechselwirkung nutzbar machen. Die Versuchsdurchführung erlaubt einen Vergleich des Korrosionsverhaltens der vier PNP-Referenzwerkstoffe in Helium mit verschiedenen Feuchtegehalten.

5.2.2 Zur Gas/Metall-Wechselwirkung in HTR-Helium

Die Ergebnisse der Nachuntersuchungen an den Proben des sog. "Kurzzeitprogrammes" werden zur Zeit in einem Bericht zusammengestellt. In diesem Programm wurden die Anfangsstadien der Korrosion untersucht, wobei die Probenvorbehandlung Versuchsparameter war.

Es wurden neue Versuche gestartet, in dem das Korrosionsverhalten von Modelllegierungen und PNP-Referenzwerkstoffen (schwerpunktmäßig INCONEL 617 und NIMONIC 86) in Helium mit verschiedenen Verunreinigungskonzentrationen untersucht wird. Die Verwendung von Rezipienten mit geringer Metalloberfläche erlaubt die Messung der Kinetik der Gas/Metall-Wechselwirkungen, wie in Abb. 4.3 als Beispiel dargestellt ist.

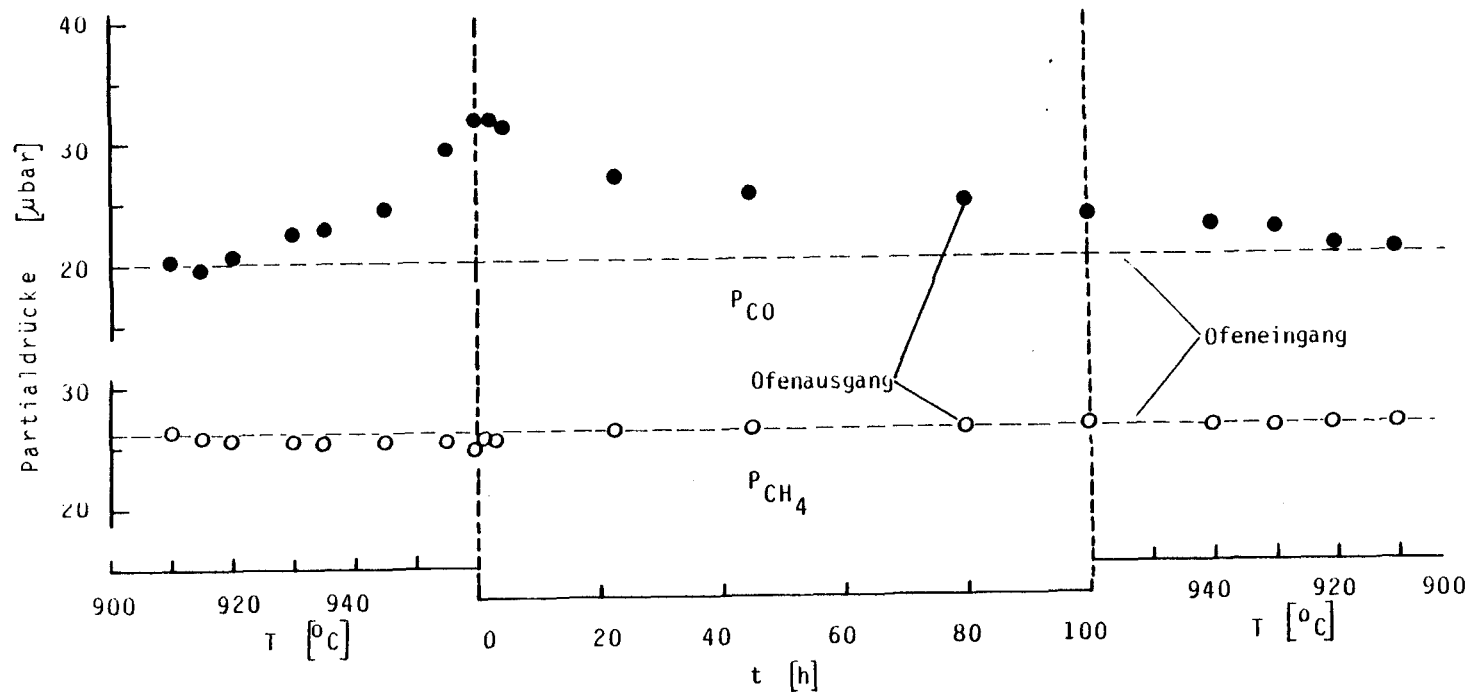


Abb. 4.3: Typisches Beispiel für die Änderung der Gaszusammensetzung durch die Wechselwirkung des Testgases ("PNP-Helium"- 5 ubar H₂O) mit einer INCONEL 617-Probe während des Aufheizens, der Auslagerung (100 h; 9⁵⁰°C) und Abkühlung.

Gestrichelte Linien: Partialdrücke am Ofenausgang

Meßpunkte: Partialdrücke am Ofenausgang

Probenrohr: Quarz 12 mm Ø Gasdurchsatz: 100 cm³/min

Es zeigt sich, daß ab etwa 920°C ein deutlicher Anstieg im CO-Gehalt am Ofenausgang auftritt, was auf eine Entkohlung schließen läßt.

Es wurde eine Modellvorstellung entwickelt, mit der sich das Korrosionsverhalten der PNP-Werkstoffe im Hinblick auf Oxidation, Aufkohlung und Entkohlung in Abhängigkeit von Temperatur, Gas- und Legierungszusammensetzung anhand von thermodynamischen Stabilitätsdiagrammen deuten läßt. Ein Bericht, in dem die theoretischen Grundlagen behandelt werden, liegt als Manuskript vor.

5.2.3 Screeningprogramm

Die Untersuchungen an den Legierungen dieses Programms sind abgeschlossen worden. Berichte über die Ergebnisse der kohlenstoffanalytischen bzw. metallographischen Nachuntersuchungen der beiden letzten Legierungsgruppen wurden fertiggestellt /4, 5/.

5.3 Untersuchungen an metallischen Werkstoffen für Prozeßgasanlagen

5.3.1 Zielsetzung

An Werkstoffproben von Komponenten für Methanspalt- oder Methanisierungsanlagen sowie an speziellen Korrosionsproben aus diesen Anlagen oder aus mit relevanten Atmosphären betriebenen Prüffeldern werden je nach Erfordernissen in der Regel metallographische oder weiterführende Untersuchungen durchgeführt. Die Ergebnisse sollen einen Beitrag liefern zum besseren Verständnis des Einflusses der verschiedenen Betriebsatmosphären und der Temperatur auf die Struktur und das Korrosionsverhalten der metallischen Werkstoffe.

5.3.2 Ergebnisse im Berichtszeitraum

Zu dem im vorigen Bericht erwähnten EVA II-Dampferzeugerschaden liegt ein Untersuchungsbericht vor /6/. Neue Erkenntnisse über die Schadensursache neben den schon vermuteten haben sich nicht ergeben.

5.4 Plastoermüdung

5.4.1 Zielsetzung

Eine für die Auslegung der wärmetauschenden Komponenten entscheidende Werkstoffbelastung sind die Dehnungswechsel, die durch Temperatur- und Leistungszyklierungen aufgeprägt werden.

Zur Ermittlung der Werkstoffschädigung durch diese Beanspruchung sind zunächst isotherme Dehnungswechselversuche, die bis in den plastischen Bereich reichen, durchzuführen.

In der KFA wurden 2 Prüfsysteme für diese Versuche aufgebaut (FATIMAK I und II), wobei das kleinere zunächst überwiegend für Zugversuche, die das Zeitstandprogramm begleiten, eingesetzt wird.

5.4.2 Stand der Arbeiten und Ergebnisse im Berichtszeitraum

Im Berichtszeitraum wurde das Umlaufkühlaggregat für die Hf-Heizung geliefert und installiert.

An INCONEL 617 und INCOLOY 800 H wurden bei Temperaturen von 750, 850 und 950 °C mit der Dehngeschwindigkeit $\dot{\epsilon}$ von 4×10^{-5} 1/sec sechs lcf-Versuche gefahren. Zwei lcf-Versuche wurden mit $\dot{\epsilon} = 4 \times 10^{-6}$ 1/sec und 850 °C an INCONEL 617 durchgeführt. Die Dehnbreite betrug bei allen Versuchen 0,6 %. Von den acht Versuchen wurden zwei wegen technischer Störungen vorzeitig beendet. Tabelle 4.1 zeigt die Ergebnisse.

Die Auswertung der lcf-Versuche nach Anrißwechselzahl N_a und Bruchwechselzahl N_f ist schwierig. Die praktische Erprobung der fünf in ASTM - E 606 angeführten Definitionen und einer weiteren häufig benutzten Definition (N_a 95 %-Verfahren) erbrachte keine konsistenten Ergebnisse. Zwei weitere Verfahren - eine Modifikation des in der jüngeren Literatur angegebenen Quotientenverfahrens und ein neuentwickeltes Summenverfahren - erbrachten Verbesserungen im Hinblick auf eine, für alle lcf-Versuche in den Projekten NFE und PNP anwendbare Definition. Nach einer gemeinsamen Abstimmung wird das Quotientenverfahren als aussichtsreichstes Verfahren von allen Projektpartnern erprobt. Insgesamt wurden zu Auswertezwecken zehn Rechnerprogramme entwickelt und erprobt.

Tabelle 4.1:

INCONEL 617

T (°C)	(sec ⁻¹)	N _a (Zyklen)	N _f (Zyklen)	Bemerkungen
850	4 x 10 ⁻⁵	-	-	Abbruch nach 412 Zyklen durch Ausfall der HF-Röhre
"	"	577	744	
950	4 x 10 ⁻⁵	512	604	
750	"	628	702	
850	4 x 10 ⁻⁶	-	-	Abbruch nach 83 Zyklen durch Spannungsausfall im E-Netz
"	"	426	534	
<u>INCOLOY 800 H</u>				
950	4 x 10 ⁻⁵	348	470	
750	"	809	957	
850	4 x 10 ⁻⁶	-	-	Noch nicht beendet

Die Ergebnisse der bisher durchgeführten Versuche zum Einfluß der Dehngeschwindigkeit auf das lcf-Verhalten von INCONEL 617 und INCOLOY 800 H wurden in einer Notiz zusammengefaßt /7/. Teilresultate wurden in /8/ veröffentlicht.

Weiterhin wurden die bei den lcf-Versuchen anfallenden Werte des mittleren thermischen Ausdehnungskoeffizienten zusammengestellt /9/.

Literatur

- /1/ U. Bruch
KFA-IRW-TN-9/82

- /2/ W. J. Quadakkers
KFA-IRW-TN-136/81

- /3/ W. J. Quadakkers, H. Grübmeier
KFA-IRW-TN-42/82

- /4/ U. Schmidt
KFA-IRW-TN-1/82

- /5/ U. Schmidt
KFA-IRW-TN-4/82

- /6/ A. Bruschi, P. J. Ennis, H. Hoven, W. J. Quadakkers
KFA-IRW-TN-16/82

- /7/ H. Schiffers, J. Rummel
KFA-IRW-TN-67/82

- /8/ H. P. Meurer et al.
"Metallische Werkstoffe für HTR" in Schriftreihe Energiepolitik, Band 14,
März 1982, Hrg.: MWMV-NRW

- /9/ H. Schiffers, J. Rummel
KFA-IRW-TN-68/82